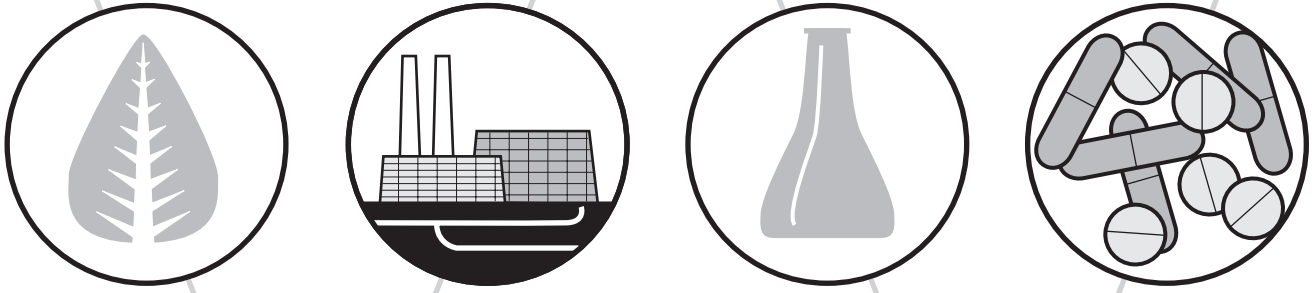
Waters 717plus Autosampler

Benutzerhandbuch



Waters
34 Maple Street
Milford, MA 01757

715017302DE, Revision A

HINWEIS

Die in dieser Dokumentation enthaltenen Informationen können ohne vorherige Ankündigung geändert werden und sind für die Waters Corporation nicht verbindlich. Die Waters Corporation übernimmt für eventuelle Fehler in dieser Dokumentation keinerlei Verantwortung. Die Dokumentation ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung nach bestem Wissen vollständig und fehlerfrei. Für Schäden, die sich durch die Anwendung dieses Handbuchs oder als Konsequenz daraus ergeben, ist Waters nicht haftbar.

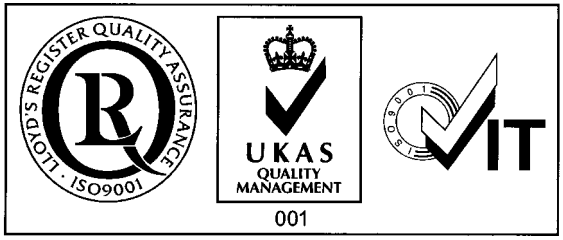
© 2003 WATERS CORPORATION. GEDRUCKT IN DEN VEREINIGTEN STAATEN VON AMERIKA UND IN IRLAND. ALLE RECHTE VORBEHALTEN. DIESES HANDBUCH DARF OHNE SCHRIFTLICHE GENEHEMIGUNG DES HERAUSGEBERS WEDER ALS GANZES NOCH IN AUSZÜGEN IN IRGENDEINER FORM VERVIELFÄLTIGT WERDEN.

Millennium und Waters sind eingetragene Marken, und Empower, ExpertEase, LAC/E, Maxima, PowerLine, SAT/IN, und WISP sind eingetragene Marken der Waters Corporation.

Millex ist eine Marke der Millipore Corporation.

Torx ist eine eingetragene Marke von Camcar, einer Division der Textron, Inc.

Alle anderen Marken oder eingetragenen Marken sind alleiniges Eigentum des jeweiligen Eigentümers.



Hinweis: *Folgen Sie bei der Benutzung dieses Instruments den allgemein anerkannten Verfahren zur Qualitätskontrolle und zur Methodenentwicklung.*

Falls Sie eine Änderung beim Retentionszeitverhalten einer bestimmten Verbindung, bei der Auflösung zwischen zwei Substanzen oder bei der Peakform beobachten, sollten Sie der Ursache für diese Änderung sofort auf den Grund gehen. Solange Sie den Grund für diese Änderungen nicht gefunden haben, dürfen Sie sich nicht auf die Ergebnisse einer Trennung verlassen.

Hinweis: *Die Installationskategorie (Überspannungskategorie) für dieses Gerät ist Stufe II. Die Kategorie Stufe II betrifft Geräte, die den elektrischen Strom aus einem lokalen Netz, z.B.einer elektrischen Steckdose in der Wand, beziehen.*

Achtung: *Jegliche Änderungen oder Modifikationen an dem Gerät ohne die ausdrückliche Genehmigung der für die ordnungsgemäße Funktionstüchtigkeit verantwortlichen Personen kann zum Entzug der Bedienungsbefugnis des Systems führen.*

Attention: *Changes or modifications to this unit not expressly approved by the party responsible for compliance could void the user's authority to operate the equipment.*

Important : *Toute modification sur cette unité n'ayant pas été expressément approuvée par l'autorité responsable de la conformité à la réglementation peut entraîner l'annulation du droit de l'utilisateur à exploiter l'équipement.*

Avvertenza: *qualsiasi modifica o alterazione apportata a questa unità e non espressamente autorizzata dai responsabili per l'osservanza alle normative, fa decadere il diritto all'utilizzo dell'apparecchiatura da parte dell'utente.*

Atención: *Todo cambio o modificación que se realice en este instrumento y que no cuente con la aprobación expresa del responsable de calidad y seguridad podrá anular la autorización del usuario para utilizar el equipo*

注意：未經有關法規認證部門允許對本設備進行的改變或修改，可能會使使用者喪失操作該設備的權利。

注意：**未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装，可能会使使用者丧失操作该设备的合法性**。

주의 : 기기 검교정 담당자의 승인 없이 무단으로 기기를 변경 또는 수정하는 경우에는, 그 기기 운영에 대한 허가가 취소될 수 있습니다.

注意：規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザとしての承認が無効になる可能性があります。

Achtung: *Jegliche Änderungen oder Modifikationen an dem Gerät ohne die ausdrückliche Genehmigung der für die ordnungsgemäße Funktionstüchtigkeit verantwortlichen Personen kann zum Entzug der Bedienungsbefugnis des Systems führen.*

Attention: *Changes or modifications to this unit not expressly approved by the party responsible for compliance could void the user's authority to operate the equipment.*

Important : *Toute modification sur cette unité n'ayant pas été expressément approuvée par l'autorité responsable de la conformité à la réglementation peut entraîner l'annulation du droit de l'utilisateur à exploiter l'équipement.*

Avvertenza: *qualsiasi modifica o alterazione apportata a questa unità e non espressamente autorizzata dai responsabili per l'osservanza alle normative, fa decadere il diritto all'utilizzo dell'apparecchiatura da parte dell'utente.*

Atención: *Todo cambio o modificación que se realice en este instrumento y que no cuente con la aprobación expresa del responsable de calidad y seguridad podrá anular la autorización del usuario para utilizar el equipo*

注意：未經有關法規認證部門允許對本設備進行的改變或修改，可能會使使用者喪失操作該設備的權利。

注意：未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装，可能会使使用者丧失操作该设备的合法性。

주의 : 기기 검교정 담당자의 승인 없이 무단으로 기기를 변경 또는 수정하는 경우에는, 그 기기 운영에 대한 허가가 취소될 수 있습니다.

注意: 規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザとしての承認が無効になる可能性があります。

Vorsicht: *Bei der Arbeit mit Polymerschläuchen unter Druck ist besondere Vorsicht angebracht:*

- *In der Nähe von unter Druck stehenden Polymerschläuchen stets Schutzbrille tragen.*
- *Alle offenen Flammen in der Nähe löschen.*
- *Keine Schläuche verwenden, die stark geknickt oder überbeansprucht sind.*
- *Nichtmetallische Schläuche nicht für Tetrahydrofuran (THF) oder konzentrierte Salpeter- oder Schwefelsäure verwenden.*
- *Durch Methylenchlorid und Dimethylsulfoxid können nichtmetallische Schläuche quellen; dadurch wird der Berstdruck des Schlauches erheblich reduziert.*

Caution: *Use caution when working with any polymer tubing under pressure:*

- *Always wear eye protection when near pressurized polymer tubing.*
- *Extinguish all nearby flames.*
- *Do not use tubing that has been severely stressed or kinked.*
- *Do not use nonmetallic tubing with tetrahydrofuran (THF) or concentrated nitric or sulfuric acids.*
- *Be aware that methylene chloride and dimethyl sulfoxide cause nonmetallic tubing to swell, which greatly reduces the rupture pressure of the tubing.*

Attention : *Manipulez les tubes en polymère sous pression avec precaution :*

- *Portez systématiquement des lunettes de protection lorsque vous vous trouvez à proximité de tubes en polymère pressurisés.*
- *Eteignez toute flamme se trouvant à proximité de l'instrument.*
- *N'utilisez jamais des tubes sévèrement déformés ou endommagés.*
- *N'utilisez jamais des tubes non métalliques avec du tétrahydrofurane (THF) ou de l'acide sulfurique ou nitrique concentré.*
- *Sachez que le chlorure de méthylène et le diméthylesulfoxyde entraînent le gonflement des tuyaux non métalliques, ce qui réduit considérablement leur pression de rupture.*

Attenzione: *prestare attenzione durante l'utilizzo dei tubi di polimero pressurizzati:*

- *Indossare sempre occhiali da lavoro protettivi nei pressi di tubi di polimero pressurizzati.*
- *Estinguere ogni fonte di ignizione circostante.*
- *Non utilizzare tubi non metallici che hanno subito sollecitazioni eccessive o sono stati incurvati.*
- *Non utilizzare tubi non metallici con tetraidrofurano (THF) o acido solforico o nitrico concentrato.*
- *Tenere presente che il cloruro di metilene e il dimetilsolfossido provocano rigonfiamento nei tubi non metallici, riducendo notevolmente la resistenza alla rottura dei tubi stessi.*

Advertencia: *Se recomienda precaución cuando se trabaje con tubos de polímero sometidos a presión:*

- *El usuario deberá protegerse siempre los ojos cuando trabaje cerca de tubos de polímero sometidos a presión.*
- *Será necesario apagar cualquier llama que pudiera haber encendida en las proximidades.*
- *Se recomienda no utilizar tubos que se hayan doblado o sometido a presiones elevadas.*
- *Es necesario utilizar tubos de metal cuando se trabaje con tetrahidrofurano (THF) o ácidos nítrico o sulfúrico concentrados.*
- *Hay que tener en cuenta que el cloruro de metileno y el sulfóxido de dimetilo dilatan los tubos no metálicos, lo que reduce en gran medida su resistencia a la ruptura.*

警告：當在有壓力的情況下使用聚合物管線時，小心注意以下幾點：

- 當接近有壓力的聚合物管線時一定要戴防護眼鏡。
- 熄滅附近所有的火焰。
- 不要使用已經被壓癟或嚴重彎曲管線。
- 不要在非金屬管線中使用四氫呋喃或濃硝酸或濃硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亞楓會導致非金屬管線膨脹，大大降低管線的耐壓能力。

警告：当在有压力的情况下使用管线时，小心注意以下几点：

- 当接近有压力的聚合物管线时一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有的火焰。
- 不要使用已经被压瘪或严重弯曲的管线。
- 不要在非金属管线中使用四氢呋喃或浓硝酸或浓硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亚枫会导致非金属管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。

경고: 폴리머재질의 튜빙을 압력하에서 사용할 때는 다음 사항에 유의하십시오.

- 압력을 받은 폴리머 튜빙 부근에서는 반드시 보호안경을 착용할 것
- 모든 화기의 접근을 금함
- 늘리거나 뒤틀린 튜빙은 사용하지 말 것
- 비금속 튜빙을 테트라히드로퓨란(THF)이나 염산 및 황산과 함께 사용하지 말 것
- 디글로로메탄(methylene chloride)와 디메틸설폭시드(dimethyl sulfoxide)는 비금속 튜빙을 팽창시켜 쉽게 파열되므로 주의할 것

警告：ポリマーチューブに圧力をかけて取り扱う場合は、次のように注意してください。

- 加圧したポリマーチューブの付近では、常に保護めがねを着用してください。
- 付近の火はすべて消してください。
- 激しい応力やねじれを受けたチューブは使用しないでください。
- テトラヒドロフラン（THF）、濃硝酸、あるいは濃硫酸には、非金属製のチューブを使用しないでください。
- ジクロロメタンやジメチルスルホキシドは非金属製のチューブを膨張させ、チューブの破断圧力を大幅に低下させますので、注意してください。

Vorsicht: *Der Benutzer wird darauf aufmerksam gemacht, dass bei unsachgemäßer Verwendung des Instruments dessen sicherer Betrieb nicht gewährleistet werden kann.*

Caution: *The user shall be made aware that if the equipment is used in a manner not specified by the manufacturer, the protection provided by the equipment may be impaired.*

Attention : *L'utilisateur doit être informé que si le matériel est utilisé de façon non conforme aux instructions du fabricant, la protection assurée par le matériel risque d'être défectueuse.*

Attenzione: *se l'apparecchiatura non viene utilizzata nel modo indicato dal produttore, si rischia di compromettere le procedure di sicurezza qui indicate.*

Advertencia: *Si se utiliza este instrumento de forma distinta a la especificada por el fabricante, las medidas de protección que aquí se recomiendan podrían resultar insuficientes*

警告：使用者必須非常清楚如果設備不是按照制造廠商指定的方式使用，那么該設備所提供的保護將被消弱。

警告: **使用者必须非常清楚如果设备不是按照制造厂商指定的方式使用, 那么该设备所提供的保护将被消弱**

경고 : 제조사가 지정한 것 이외의 방법으로 기기를 사용하는 경우에는, 사용자가 위험으로부터 보호될 수 없는 경우가 발생할 수 있음에 유념하십시오.

警告:ユーザは製造業者が指定していない方法で装置を使用した場合は装置が提供する保護が損なわれることがあるということを承知しているものとします。

Vorsicht: *Zum Schutz gegen Feuergefahr die Sicherungen nur mit Sicherungen des gleichen Typs und Nennwertes ersetzen.*

Caution: *To protect against fire hazard, replace fuses with those of the same type and rating.*

Attention : *Afin d'éviter tout risque d'incendie, ne remplacez les fusibles usés que par des fusibles de même type et de même calibre.*

Attenzione: *per evitare incendi, sostituire i fusibili con altri dello stesso tipo e caratteristiche.*

Advertencia: *Para tener protección permanente contra incendios y cortocircuitos será necesario que, al cambiar los fusibles, los nuevos sean del mismo tipo y características que los sustituidos.*

警告：為了避免火災的危險，應更換同种類型及規格的保險絲。

警告: 为了避免火灾的危险, 应更换同种类型及规格的保险丝。

경고 : 화재를 방지하기 위해서는 퓨즈 교체 시 같은 종류, 같은 등급의 것을 사용하십시오.

警告: 火災の危険防止のために、ヒューズの交換は同一タイプおよび定格のもので行なってください。

Vorsicht: *Zur Vermeidung von Stromschlägen sollte das Gerät vor der Wartung vom Netz getrennt werden.*

Caution: *To avoid possible electrical shock, disconnect the power cord before servicing the instrument.*

Attention : *Afin d'éviter toute possibilité de commotion électrique, débranchez le cordon d'alimentation de la prise avant d'effectuer la maintenance de l'instrument.*

Attenzione: *per evitare il rischio di scossa elettrica, scollegare il cavo di alimentazione prima di svolgere la manutenzione dello strumento.*

Precaución: *Para evitar descargas eléctricas, desenchufe el cable de alimentación del instrumento antes de realizar cualquier reparación.*

警告：要避免觸電，請在修理或保養器材前把電源線拔出。

警告：为避免可能引起得触电危险，在修理前请切断电源连接。

경고: 전기 충격의 가능성을 피하기 위해서는, 기기를 수리하기 이전에 전원 코드를 차단하십시오.

警告：感電の危険性を避けるために、装置の保守を行う前には装置の電源コードを引き抜いてください。

Commonly Used Symbols

⎓	Gleichstrom Direct current Courant continu Corrente continua Corriente continua 直流電 直流电 직류 直流
~	Wechselstrom Alternating current Courant alternatif Corrente alternata Corriente alterna 交流電 交流电 교류 交流
⏚	Schutzleiteranschluss Protective conductor terminal Borne de mise à la terre Terminale di conduttore con protezione Borne del conductor de tierra 保護的導線端子 保护性的接地端 보호 도체 단자 接地

Commonly Used Symbols (Fortsetzung)

	Rahmen- oder Chassisanschluss Frame or chassis terminal Borne de connexion au cadre ou au châssisF Terminale di struttura o telaio Borne de la estructura o del chasis 結構或底盤端子 机架或底盘接地端 프레임 또는 틀 단자 フレームまたはシャーシアース
	Vorsicht, oder lesen Sie das Handbuch Caution or refer to manual Attention ou consultez le manuel Prestare attenzione o fare riferimento alla guida Actúe con precaución o consulte la guía 小心或查閱手冊 小心或查阅手册 경고 또는 사용설명서 참조 警告またはマニュアルを参照
	Vorsicht, heiße Oberfläche oder hohe Temperatur Caution, hot surface or high temperature Attention, surface chaude ou température élevée Precauzione, superficie calda o elevata temperatura Precaución, superficie caliente o temperatura elevada 警告，熱表面或高溫 警告,热表面或高温 경고, 뜨거운 표면 또는 고온 警告、熱くなっている面、あるいは高温

Commonly Used Symbols (Fortsetzung)

	Vorsicht, Elektroschockgefahr (Hochspannung) Caution, risk of electric shock (high voltage) Attention, risque d'électrocution (haute tension) Precauzione, rischio di scossa elettrica (alta tensione) Precaución, peligro de descarga eléctrica (alta tensión) 警告，小心触電（高壓電） 警告,小心触电（高压电） 경고, 전기충격의 위험 (고압) 警告、電気ショックの危険性（高電圧）
	Vorsicht, Gefahr einer Spritzenpunktierung Caution, risk of needle-stick puncture Attention, risques de perforation avec une aiguille ou un objet pointu Precauzione, rischio di puntura con ago Precaución, riesgo de punción con aguja 警告，小心尖狀物刺傷 警告,小心尖状物刺伤 경고, 뾰족한 것으로부터의 상해 위험 警告、ニードルで穴をあける危険性
	Vorsicht, ultraviolettes Licht Caution, ultraviolet light Attention, rayonnement ultrviolet Precauzione, luce ultravioletta Precaución, emisiones de luz ultravioleta 警告，紫外光 警告,紫外光 경고, 자외선 警告、紫外線

	Sicherung Fuse Fusible Fusibile Fusible 保險絲 保险丝 퓨즈 ヒューズ
1	Netzschalter ein Electrical power on Sous tension Alimentazione elettrica attivata Alimentación eléctrica conectada 開啓電源 接通电源 전원 켜기 電源オン
0	Netzschalter aus Electrical power off Hors tension Alimentazione elettrica disattivata Alimentación eléctrica desconectada 關閉電源 切断电源 전원 끄기 電源オフ

Vereinigte Staaten von Amerika – Hinweise zu Emissionen hinsichtlich FCC-Richtlinien

Dieses Gerät entspricht Abschnitt 15 der FCC-Richtlinien (Federal Communications Commission). Der Betrieb des Geräts erfolgt unter zwei Bedingungen: 1) Der Betrieb dieses Gerätes ruft keine Störungen hervor, und 2) Am Instrument festgestellte Empfangsstörungen werden angepasst, auch wenn dies zu negativen Auswirkungen auf den Betrieb des Instruments führt.

Änderungen an diesem Instrument müssen ausdrücklich durch die für die Einhaltung der vorgeschriebenen Normen verantwortlichen Personen genehmigt werden. Anderenfalls kann dem Anwender die Bedienungsbefugnis für das Instrument entzogen werden.

Hinweis: *Dieses Instrument ist geprüft und verfügt über die Begrenzungen eines digitalen Gerätes der Klasse B, entsprechend Abschnitt 15 der FCC-Richtlinien. Diese Begrenzungen verhindern störende Auswirkungen auf andere Instrumente. Dieses Instrument erzeugt und verwendet Hochfrequenzstrahlung und gibt diese auch ab. Falls das Gerät nicht entsprechend den Anweisungen installiert und verwendet wird, kann dies zu Störungen im Funkverkehr führen. Jedoch gibt es keine Garantie dafür, dass eine Störung bei einem bestimmten Gerät nicht vorkommt. Falls dieses Instrument zu Störungen beim Radio- oder Fernsehempfang führt - dies kann durch Ein- und Ausschalten des Gerätes festgestellt werden - kann der Anwender diese Störung folgendermaßen beheben:*

- *Richten Sie die Antenne neu aus oder verändern Sie deren Standort*
- *Vergößern Sie den Abstand zwischen dem Instrument und dem Empfangsteil.*
- *Schliessen Sie das Instrument an eine andere Steckdose in einem anderen Schaltkreis an, so dass das Instrument und das Empfangsteil getrennt angeschlossen sind.*
- *Wenden Sie sich bei Problemen an den Händler oder an einen Radio-Fernsehfachmann.*

Verwenden Sie mit diesem Instrument abgeschirmte Kabel, um sicherzustellen, dass die FCC-Einschränkungen der Klasse B eingehalten werden.

Kanada – Hinweise zum Management des Emissionsbereichs

Dieses digitale Instrument der Klasse B entspricht den Richtlinien des ICES-003 (Interference-Causing Equipment Standards) für Kanada.

717plus Autosampler Information

Verwendung

Der Waters 717plus Autosampler wird zur In-vitro Analyse von vielen verschiedenen Verbindungen verwendet, dazu gehören auch diagnostische Indikatoren und Verbindungen, die zur Kontrolle der Heilwirkung eingesetzt werden. Halten Sie sich bei der Methodenentwicklung an die Vorschriften im „Protocol for the Adoption of Analytical Methods in the Clinical Chemistry Laboratory“, diese wurden im *American Journal of Medical Technology*, 44, 1, auf den Seiten 30–37 veröffentlicht (1978). Diese Vorschriften enthalten Sicherheitsbestimmungen für den Betrieb sowie notwendige Techniken zur Validierung der Systemleistung und der Methodenleistung.

Biologische Gefahren

Ergreifen Sie bei der Analyse physiologischer Flüssigkeiten alle notwendigen Sicherheitsvorkehrungen und behandeln Sie alle Proben so, als seien sie möglicherweise infektiös. Die Sicherheitsvorkehrungen sind im Handbuch „CDC Guidelines on Specimen Handling“, *CDC – NIH Manual*, 1984, enthalten.

Kalibrierung

Verwenden Sie bei der Kalibrierung von Methoden allgemein anerkannte Kalibrierungsmethoden sowie reine Standards. Verwenden Sie mindestens fünf Standards, um eine Eichkurve zu erstellen. Die Konzentrationsspannbreite sollte den gesamten Probenbereich für die Qualitätskontrolle sowie typische und atypische Proben abdecken.

Qualitätskontrolle

Führen Sie stets drei Probenläufe zur Qualitätskontrolle durch. Dabei sollten die Werte der Testläufe jeweils unterhalb, innerhalb und oberhalb des zu erwartenden Konzentrationsbereichs einer chemischen Verbindung liegen. Stellen Sie sicher, dass die Testergebnisse der Qualitätskontrolle innerhalb eines akzeptablen Streubereichs liegen, und validieren Sie die Genauigkeit nach jedem Tag und nach jedem Probelauf erneut. Die von Ihnen erfassten Daten könnten ungültig sein, wenn die Testergebnisse der Qualitätskontrolle außerhalb des festgelegten Bereichs liegen. Veröffentlichen Sie diese Daten nicht, bis Sie sichergestellt haben, dass die Leistungsfähigkeit des chromatographischen Systems akzeptabel ist.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort xxiii

Kapitel 1
Einführung 1

1.1 Beschreibung 1
1.2 Funktionen 2
1.3 Komponenten und Untersysteme 5

Kapitel 2
Installation 7

2.1 Standortanforderungen 7
2.2 Auspacken und Überprüfung 9
2.3 Anschluss der Stromversorgung 10
2.4 Anschluss der Flüssigkeits- und Ablassleitungen 11
2.5 Anschluss der Kommunikationskabel 14
2.5.1 Klemmenleistenanschlüsse 15
2.5.2 Anschlüsse über das IEEE-488-Netzwerk 21
2.5.3 Anschluss des RS-232-Ausgangs an das Datenmodul 23
2.6 Änderung der Hardwarekonfiguration 24
2.6.1 Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung 24
2.6.2 Installation der Heizung/Kühlung 27
2.6.3 Installation der großen Probenschleife 30

Kapitel 3
Inbetriebnahme und Konfiguration 33

3.1 Einschalten des Autosamplers 33
3.2 Verwendung der Tastatur auf der Vorderseite 34
3.2.1 Zugriff auf Menüs 35

3.2.2 Eingabe von Betriebsparametern 37
3.3 Spülung des Autosamplers 38
3.4 Kalibration des Seal Pak 38
3.4.1 Reinigung des Autosamplers 39
3.4.2 Automatische Nulleinstellung des Transducers 39
3.4.3 Kalibration des Seal Pak 41
3.5 Entlüftung der Nadelspülpumpe 42
3.6 Konfiguration des Autosamplers 44
3.6.1 Übersicht über die Konfiguration 44
3.6.2 Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb 47
3.6.3 Eingabe von Hardwareänderungen 52
3.7 Systemüberprüfung 53
3.8 Ausschalten und Lagerung 54
3.8.1 Entfernung der gepufferten mobilen Phase 55
3.8.2 Ausschalten 55
3.8.3 Lagerung 55

Kapitel 4
Betrieb des Autosamplers 57

4.1 Übersicht über den Betrieb 57
4.2 Vorbereitung der Proben 59
4.2.1 Vorbereitung der Proben 59
4.2.2 Auswahl der Probenphiolen 61
4.3 Auswahl des Nadelspüllösungsmittels 62
4.4 Ladung des Karussells 65
4.5 Gewährleistung der Reproduzierbarkeit 66
4.5.1 Übersicht über die Reproduzierbarkeit 67
4.5.2 Durchführung von Reinigungen 67
4.5.3 Durchführung einer Kompressionsüberprüfung 70
4.6 Ausführung der automatischen Probennahme 72

4.6.1 Programmierung eines automatischen Probelaufs 74
4.6.2 Programmierung der Schrittfunktionen 78
4.6.3 Verwendung der Funktion Auto Standards 81
4.6.4 Verwendung der Funktion Auto Addition 86
4.6.5 Verwendung der Funktion Auto Transfer 90
4.6.6 Programmierung des Ereignisausgangssignals 99
4.6.7 Start und Stopp eines automatischen Probelaufs 101
4.6.8 Überwachung des Status des automatischen Probelaufs 102
4.7 Ausführung eines statischen Probelaufs 103
4.8 Hinweise zu Probennahmen 106
4.8.1 Temperaturregelung 106
4.8.2 Microbore- und semi-präperative Injektionen 108
4.8.3 Injektionen von viskosen Proben 111
4.8.4 Reinigung während eines automatischen Probelaufs 112
4.8.5 Verwendung der gepufferten mobilen Phase 113

Kapitel 5
Wartung 117

5.1 Entfrostung der Heizung/Kühlung 117
5.2 Austausch der Spritze 119
5.2.1 Entfernung der Spritze 119
5.2.2 Installation der neuen Spritze 122
5.3 Austausch des Seal Pak 126
5.3.1 Entfernung des Injektors 127
5.3.2 Entfernung des Seal Pak 128
5.3.3 Austausch der Nadel 129
5.3.4 Installation eines neuen Seal Pak 131
5.3.5 Installation des Injektors 131
5.3.6 Kalibration des Seal Pak 132
5.4 Austausch der Inline-Filter 132

Kapitel 6
Störungssuche und -beseitigung 135
1.1 Sicherheit und Bedienung des Instruments 135
1.2 Fehlermeldungen 136
1.2.1 Fehlermeldungen zur Information 137
1.2.2 Fehlermeldungen zur Kalibration (CAL) 138
1.2.3 Fehlermeldungen zum Karussell (CAR) 139
1.2.4 Fehlermeldungen zur Heizung/Kühlung (H/C) 141
1.2.5 Fehlermeldungen zum Injektor (INJ) 141
1.2.6 Fehlermeldungen zur Spritze (SYR) 143
1.3 Tabelle zur Störungssuche und -beseitigung 143
1.4 Verfahren zur Störungssuche und -beseitigung 151
1.4.1 Manuelle Reinigung der Spritze 152
1.4.2 Test des Ventils auf undichte Stellen 154
1.4.3 Manuelle Einstellung des Transducers 157

Anhang A
Technische Daten 161

Anhang B
Ersatzteile 165

Anhang C
Reproduzierbarkeit und Entgasung von Lösungsmitteln 169
C.1 Faktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen 169
C.1.1 Chemische Faktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen 169
C.1.2 Instrumentenfaktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen 171
C.2 Entgasung von Lösungsmitteln 171
C.2.1 Theorie der Lösungsmittelentgasung 172
C.2.2 Methoden zur Lösungsmittelentgasung 173
C.2.3 Hinweise zur Lösungsmittelentgasung 174

Anhang D
Auswahl von Probenphiolen 177

Index 179

Vorwort

Das *Waters 717plus Autosampler Benutzerhandbuch* beschreibt die Optionen und die Verwendung des Waters® 717plus Autosamplers. Desweiteren beinhaltet das Handbuch Anleitungen zur Installation, zur Wartung und zum Ermitteln und Beseitigen von Störungen. Dieses Handbuch richtet sich an Chemiker und Techniker, die mit den Autosampler Injektionen zur chromatographischen Analyse durchführen.

Aufbau

Dieses Handbuch verfügt über folgende Inhalte:

Kapitel 1 beschreibt den Waters 717plus Autosampler.

Kapitel 2 beschreibt die Vorgehensweise zur Installation des Waters 717plus Autosampler sowie den Aufbau von Flüssigkeitsleitungen und elektrischen Leitungen.

Kapitel 3 beschreibt die Vorgehensweisen zum Starten des Autosamplers, zur Kalibrierung, zur Konfiguration, zur Überprüfung und zum Abschalten des Instruments.

Kapitel 4 beschreibt Vorgehensweisen zur Vorbereitung und zur Ladung von Proben sowie zum Programmieren, zur Verwendung der automatischen Optionen und zum Durchführen eines statistischen Probenlaufs.

Kapitel 5 beschreibt Vorgehensweisen zum Abtauen des Heizelements/ Kühlelements sowie zum Austauschen der Spritze, des Seal Paks und des Inline-Filters

Kapitel 1 stellt Tabellen zur Beseitigung von Störungen dar, um die Problemerkennung zu erleichtern und um Fehlermeldungen zu beheben.

Anhang A beschreibt die technischen Daten des Waters 717plus Autosampler

Anhang B listet die Ersatzteile auf.

Anhang C gibt Informationen über der Reproduzierbarkeitsfaktoren, der Theorie und den Entgasungsmethoden der Lösungsmittel.

Anhang D gibt Informationen über die Auswahl der Probenfläschchen.

Referenzdokumente

***Waters Licenses, Warranties, and Support*:** Hier finden Sie Informationen hinsichtlich der Softwarelizenz und der Garantie, sowie eine Beschreibung der Fortbildungen, des erweiterten technischen Kundendiensts und Informationen, wie Waters den Versand, Schäden, Schadensansprüche und Reklamationen handhabt

Konventionen zur Dokumenation

Die folgenden Konventionen werden in diesem Handbuch verwendet::

Konventionen	Verwendung
Fett	Der Fettdruck weist auf Handlungen hin, die vom Anwender durchzuführen sind, wie zum Beispiel das Drücken von Tasten, die Menüauswahl und Befehle. Beispiel: „Klicken Sie auf **Next** (Weiter), um zur nächsten Seite zu wechseln.“
Kursiv	Die Kursivschrift verweist auf Informationen, die Sie selbst eingeben, wie die Angabe von Variablen. Desweiteren hebt die Kursivschrift wichtige Textabschnitte sowie Überschriften hervor. Beispiel: „Ersetzen Sie *file_name* mit dem tatsächlichen Namen Ihrer Datei“.
`Courier`	Die Schriftart Courier weist auf den Quellcode und die Systemsignale hin. Beispiel: „Die Eingabeaufforderung `SVRMGR>` wird angezeigt“.
`Courier Fett`	Die Schriftart Courier Fett weist auf Zeichen hin, die Sie eingeben, oder auf Tasten, die Sie als Beispiele für den Quellcode verwenden. Beispiel: „Geben Sie bei der Eingabeaufforderung `LSNRCTL>` `den Befehl` **`set password oracle`** ein, um auf Oracle zuzugreifen“.
Tasten	Das Wort *Taste* bezieht sich auf eine Taste der Zehnertastatur oder der normalen Tastatur am Computer. *Monitortasten* beziehen sich auf die Tasten am Instrument direkt unterhalb des Monitors. Beispiel: „Die A/B Monitortaste auf dem 2414 Detektor stellt den ausgewählten Kanal dar“.
…	Drei Punkte weisen darauf hin, dass eine weitere Aufzählung des gleichen Typs folgt. Beispiel: „Sie können *Dateiname1*, *Dateiname2*, … in den einzelnen Ordnern speichern“.

Konventionen	Verwendung
>	Ein Rechtspfeil zwischen den Menüoptionen weist darauf hin, dass Sie die Optionen in der angegebenen Reihenfolge auswählen müssen. Beispiel: „Wählen Sie File > Exit“ bedeutet, dass Sie in der Menüleiste die Option File (Datei) auswählen und dann aus dem Menü File den Befehl Exit (Beenden).

Achtung: *Bei der Eingabe von Nummern und Zahlen (zB: für Parameter) sollten Sie nicht vergessen, daß die Software in der englischen Sprache erscheint. Dementsprechend verfügen die Werte über einen PUNKT und kein Komma (zB: 5.5 anstatt 5,5). Dies gilt jedoch nicht, falls Ihre Einstellungen am Computer an regionale Vorgaben angepasst wurden.*

Hinweis

Hinweise heben wichtige Informationen für den Anwender hervor. Beispiel:

Hinweis: *Speichern Sie Ihre Ergebnisse, bevor Sie zum nächsten Schritt übergehen.*

Achtung

„Achtung“ hebt wichtige Informationen hervor, die zur Vorbeugung möglicher Schäden am System oder an den Geräten wichtig sind. Beispiel:

Achtung: *Berühren Sie das Strömungszellenfenster nicht, sonst wird die Strömungszelle des Detektors beschädigt.*

Vorsicht

Mit „Vorsicht“ werden wichtige Informationen hervorgehoben, welche die Sicherheit des Anwenders betreffen. Beispiel:

Vorsicht: *Um Verbrennungen zu vermeiden, schalten Sie die Lampe mindestens 30 Minuten vorher aus, wenn Sie diese ersetzen oder Einstellungen daran vornehmen möchten.*

Vorsicht: *Bevor Sie Wartungsarbeiten am Instrument durchführen, schalten Sie dieses aus und ziehen Sie den Netzstecker heraus, um keinen elektrischen Schlag zu erhalten.*

Vorsicht: *Um Stromschlägen und der Gefährdung durch chemische Susbstanzen vorzubeugen, halten Sie sich beim Bedienen Ihres Systems an die üblichen Sicherheitsvorkehrungen.*

Kapitel 1
Einführung

Dieses Kapitel bietet eine Übersicht zum Waters® 717plus Autosampler. Hier werden die Betriebsfunktionen des Autosamplers zusammengefasst und seine Komponenten beschrieben.

1.1 Beschreibung

Der Waters 717plus Autosampler injiziert Proben in ein HPLC-System (*high performance liquid chromatography*; Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie). Der Waters 717plus Autosampler automatisiert die Probennahme durch Speichern von bis zu 96 Probennahmemethoden oder „Schritten“. Jede Methode steuert alle Injektionsparameter für eine Sequenz von Phiolen.

Der Waters 717plus Autosampler (Abbildung 1-1) kann entweder als eigenständiges Gerät oder als eine Komponente in einem Waters IEEE-488-basierten HPLC-System verwendet werden. Wenn der Autosampler als Teil eines IEEE-488-basierten Systems verwendet wird, kann er von Waters PowerLine™ System-Controllern oder Waters Daten-Workstations gesteuert werden.

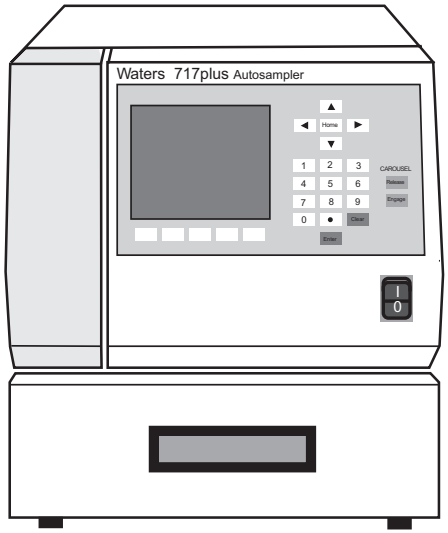


Abbildung 1-1 Waters 717plus Autosampler

1.2 Funktionen

Der Waters 717plus Autosampler verfügt über Folgendes:

Probenkarusselle und Phiolen

Das Karussell ist in zwei Größen erhältlich:

- **Karussell mit 48 Phiolen**: Enthält 4 mL-Probenphiolen
- **Karussell mit 96 Phiolen**: Enthält 1 mL-Probenphiolen

Eine Vielzahl von Probenphiolen steht zur Verfügung. Weitere Informationen hierzu finden Sie unter Anhang D, Auswahl von Probenphiolen.

Automatische Multi-Methoden-Probennahme

Eine automatische Multi-Methoden-Probennahme kann Folgendes enthalten:

- Bis zu 96 Schritte, wobei jeder Schritt wiederum aus einer anderen Probennahmemethode besteht.
- Beliebiger Zugriff auf eine einzelne oder mehrere Phiolen

Probennahme nach Priorität (Stat)

Anhand der Stat-Funktion können folgende Vorgänge durchgeführt werden:

- Unterbrechung der programmierten Probennahmemethode
- Durchführung von Injektionen aus einer einzelnen oder mehreren Phiolen
- Rückkehr zur unterbrochenen Probennahmemethode und Fortsetzung der automatischen Probennahme ab dem Unterbrechungspunkt

Optionen für automatische Funktionen

Mit dem 717plus Autosampler können Sie die folgenden Optionen programmieren:

- **Auto Addition** (automatische Addition): Diese Option ermöglicht es Ihnen, eine herkömmliche Lösung mit jeder Probe zu injizieren.
- **Auto Standards** (automatische Standards): Mit dieser Option können Sie Standards während eines Probelaufs automatisch ausführen.
- **Auto Transfer** (automatische Übergabe): Sie können den 717plus Autosampler programmieren, um Lösungen von bestimmten Phiolen in ihre Probenphiole zu übertragen, die Lösung zu mischen und zu injizieren.

Interaktion mit anderen LC-Modulen

Der Waters 717plus Autosampler sendet und empfängt Signale von anderen LC-Modulen, zum Beispiel:

- **Inject Start** (Injektionsbeginn): Dieses Signal wird gesendet, wenn die Probe in die mobile Phase injiziert wird. Hierdurch wird die Datenerfassung, die Fraktionssammlung und die automatische Nulleinstellung des Detektors eingeleitet. Die Schließung der Kontakte wird vom Autosampler initiiert.
- **Inject Stop** (Injektionsende): Dieses Signal wird gesendet, wenn die programmierte Laufzeit erreicht ist. Es weist Datenintegratoren darauf hin, dass der Chromatographieprozess vollständig durchlaufen wurde. Die Schließung der Kontakte wird vom Autosampler initiiert.
- **Hold** (Anhalten): Hält den Autosampler an, bis sich das Signal ändert. Dieses Signal kann zur Vermeidung von Probeninjektionen verwendet werden, wenn ein LC-Modul ausfällt oder während das Datenerfassungssystem für den nächsten Probelauf vorbereitet wird. Das Signal wird von externen Geräten empfangen.
- **Report Delay** (Berichtsverzögerung): Mit diesem Signal wird die nächste Injektion verzögert, bis ein Datenintegrator einen Bericht für den vorherigen Probelauf fertig

gestellt hat. Die Verzögerung ist ein programmierbarer Intervall, der nach dem Empfang des Signals Inject Stop (Injektionsende) auftritt.

- **Programmable Event** (programmierbares Ereignis): Der 717plus Autosampler enthält einen programmierbaren Ereignissignalausgang, mit dem externe Geräte während eines Probelaufs gesteuert werden können.

Datenübertragung über den IEEE-488-Bus

Als Teil des Waters IEEE-488-Systems empfängt der 717plus Autosampler Programmier- und Steuersignale von einem LC-System-Controller.

Datenübertragung über RS-232

Der Waters 717plus Autosampler sendet Daten über eine RS-232-Datenleitung. Die Daten liegen im ASCII-Format vor und enthalten Folgendes:

```
VIAL # nn  INJ # n OF n

INJ VOL nnnn  RUN TIME nnnnn
```

Reinigung und Kompression

Zu den Reinigungs- und Kompressionstestfunktionen gehören folgende:

- **Reinigung**: Mit dieser Funktion wird die Probenschleife und Injektionsspritze mit einer frischen mobilen Phase gefüllt.
- **Kompression**: Mit dieser Funktion wird die Probenschleife auf Gasinhalt (Komprimierbarkeit) geprüft. Sie können die Komprimierbarkeitsgrenzen für eine bestimmte mobile Phase festlegen. Die Prüfung kann automatisch oder bedienergesteuert durchgeführt werden.

Nadelspülsystem

Das Nadelspülsystem hat folgende Aufgaben:

- Vermeidung von Kreuzkontaminationen der Proben
- Verlängerung der Lebensdauer der Dichtung durch Entfernen der mobilen Phase und der Probe von der Probennahmenadel

Semi-präperative Chromatographie

Für die semi-präperative Chromatographie (Injektionen bis zu 2 mL) kann der 717plus Autosampler optional konfiguriert werden:

- **2000 µL-Probenschleife**: Für Injektionen über 200 µL erforderlich.

- **2500 µL-Spritze**: Beschleunigt die Vorinjektionssequenz für Proben über 150 µL.

Microbore-Chromatographie (< 1 µL)

Für die Microbore-Chromatographie kann der 717plus Autosampler folgendermaßen konfiguriert werden:

- 25 µL-Spritze für verbesserte Injektionsvolumenpräzision unter 1,0 µL
- Probenphiolen mit niedrigem Volumen

Spritzengeschwindigkeit

Die Spritzengeschwindigkeit des Autosamplers kann für jede Spritzengröße individuell angepasst werden und ermöglicht die Einstellung der Probenviskosität.

Heizung/Kühlung

Der Waters 717plus Autosampler kann mit einer Heizung/Kühlung konfiguriert werden, um eine konstante Probenraumtemperatur zwischen 4 und 40 °C aufrechtzuerhalten.

1.3 Komponenten und Untersysteme

In diesem Abschnitt werden die Komponenten und Untersysteme des Waters 717plus Autosamplers beschrieben (Abbildung 1-2):

- **Vorderseite**: Enthält eine Anzeige, eine Tastatur sowie Funktionstasten und ermöglicht Zugriff auf das Steuersystem.
- **Autosampler Controller**: Verfügt über einen Mikroprozessor und einen Speicher zum Steuern aller Autosampler Komponenten.
- **Probentransportsystem**: Positioniert die Probenphiolen unter den Injektor.
- **Flüssigkeitspackung**: Enthält alle Komponenten, die für die Leitung der mobilen Phase und der Probe zur Säule erforderlich sind. Mit der Flüssigkeitspackung können Reinigungen und Kompressionstests der mobilen Phase durchgeführt werden.
- **Injektor**: Saugt die Probe (Aliquote) aus der Probenphiole an und injiziert sie in die mobile Phase.
- **Spritze**: Saugt Proben an und komprimiert die mobile Phase während der Prüfung.
- **Nadelspülsystem**: Reinigt die Außenseite der Nadel, um Kreuzkontaminationen der Proben zu verhindern.

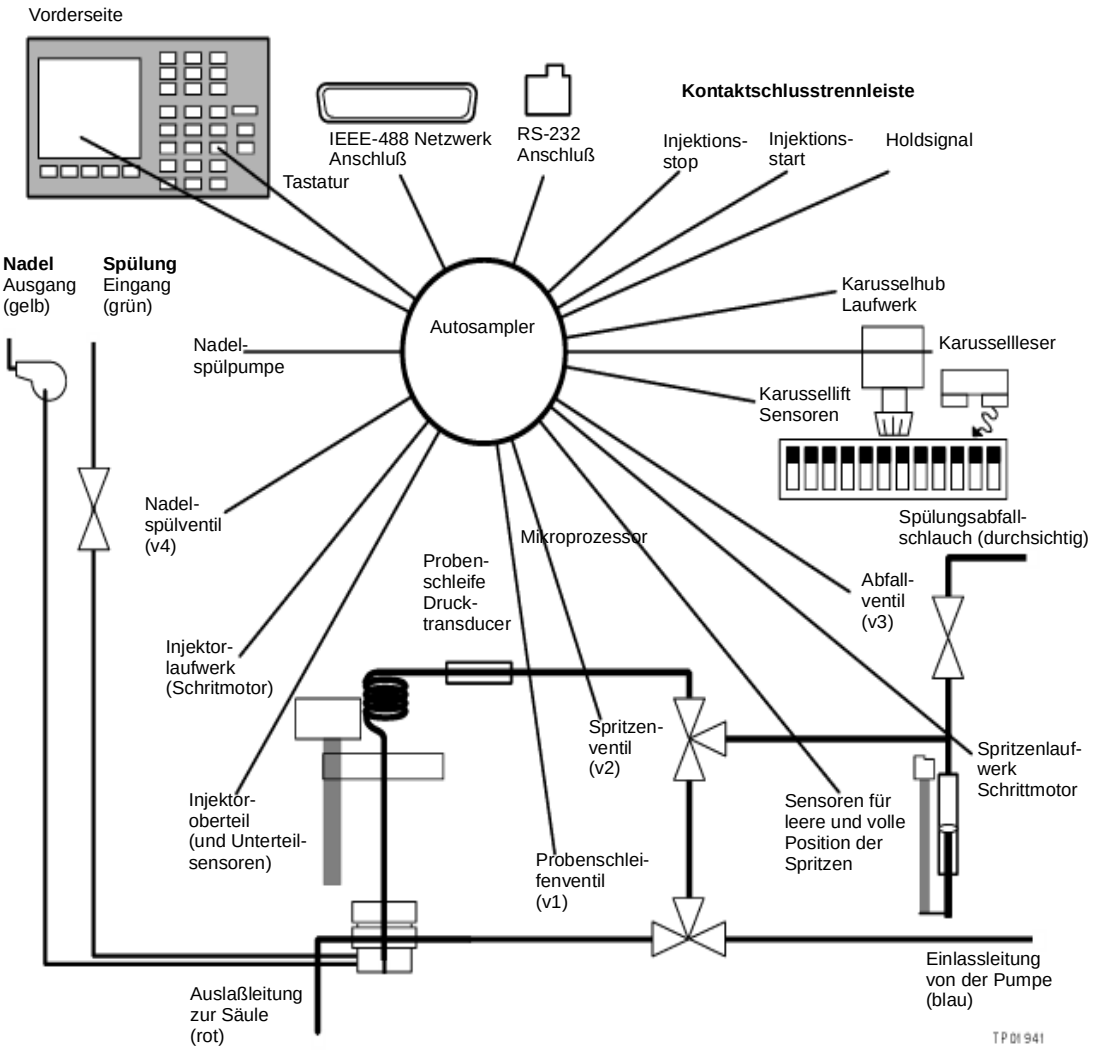


Abbildung 1-2 Untersysteme des Waters 717plus Autosamplers

Kapitel 2
Installation

In diesem Kapitel wird die Installation und der Aufbau des 717plus Autosamplers beschrieben. Hier werden auch die Schritte zum Herstellen von Verbindungen, zum Auswählen der Spannung und zum Konfigurieren optionaler Hardware erläutert.

2.1 Standortanforderungen

Erforderlicher Platz

Achten Sie vor Beginn der Installation auf die folgenden Standort- und Hilfsmittelanforderungen für den Autosampler (Abbildung 2-1):

Hinweis: *Der Autosampler Standort muss so gewählt werden, dass ausreichend Platz für eine Abfallflasche (Anmerkung: Die Flaschen verfügen über ein Volumen von mindestens 1-2 Litern) und einen Behälter mit dem Nadelspüllösungsmittel vorhanden ist.*

- **Tischabmessungen**: 53 x 72 cm (21 x 23.5 in.) für den Autosampler. Diese Abmessungen beinhalten auch die Entlüftungsseiten mit 6,3 cm (2.5 in.) und die Rückseite mit 8,75 cm (3.5 in.).

  Hinweis: *Stellen Sie sicher, dass die Tischoberfläche eben ist, um einen ausreichenden Abfluss von verschüttetem Lösungsmittel zu gewährleisten.*

- **Tischabmessungen mit installierter Heizung/Kühlung**: Zusätzlich 7,62 cm (3 in.) auf der Rückseite und an jeder Seite neben den Entlüftungsöffnungen.

  Hinweis: *Stellen Sie die Einheit nicht in einem umschlossenen Bereich, unter einem Regal oder in der Nähe einer Wärmequelle auf, um eine Leistungsreduzierung der Heizung/Kühlung zu vermeiden.*

- **Säulenposition**: Vergewissern Sie sich, dass die rote Flüssigkeitsleitung die Säule erreicht. Wenn Sie diese Leitung verlängern, wird unter Umständen der Peak verbreitert.
- **Position des Abfall- und Lösungsmittelbehälters**: Positionieren Sie den Behälter mit dem Nadelspüllösungsmittel auf der ebenen Tischoberfläche, um ein Absaugen zu vermeiden.

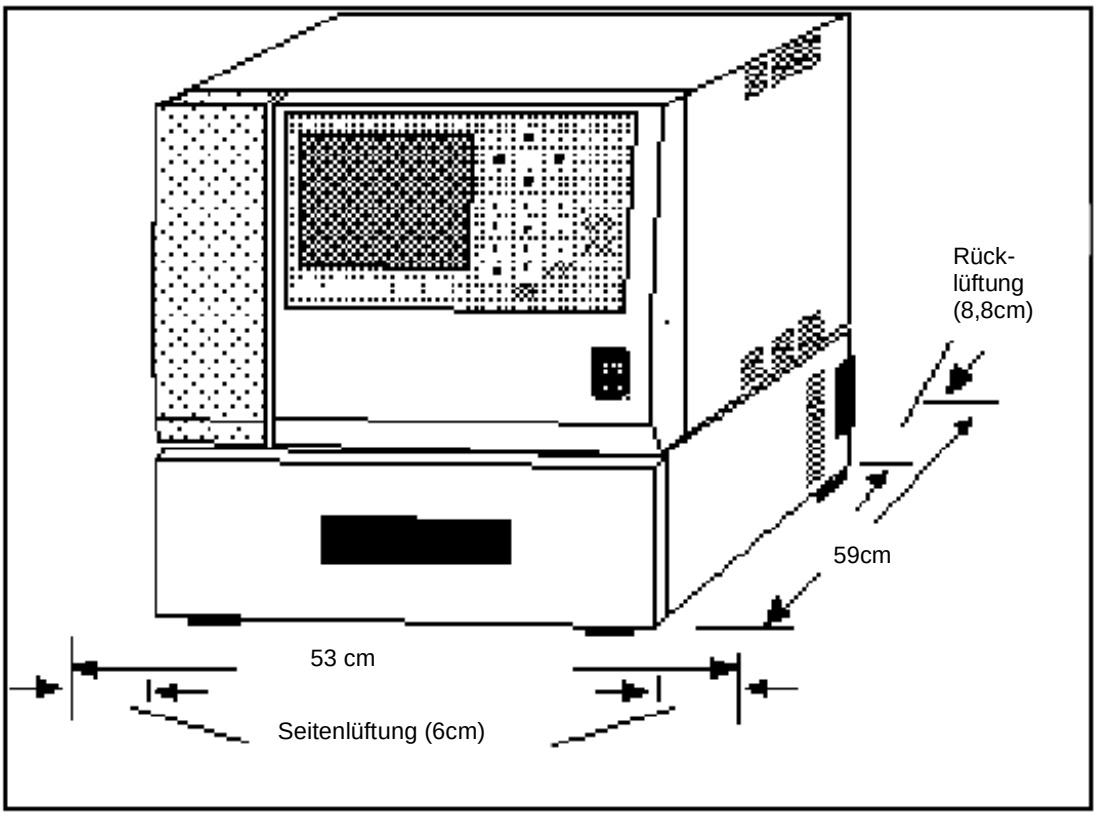


Abbildung 2-1 Standortanforderungen des Waters 717plus Autosamplers

Betriebsbedingungen

Stellen Sie den Waters 717plus Autosampler in einem sauberen Bereich auf, in dem er keinen hohen Temperaturen, keiner hohen Feuchtigkeit, keinen starken Hochfrequenzstrahlungen sowie Stößen oder Vibrationen ausgesetzt ist. Der Waters 717plus Autosampler kann in den folgenden Bereichen betrieben werden:

Temperatur	4 bis 40 °C Beachten Sie, dass die Leistung der Kühlung bei Temperaturen über 27 °C abnimmt.

Feuchtigkeit	80 % maximale relative Feuchtigkeit, nicht kondensierend

Stellen Sie den Waters 717plus Autosampler nicht an Orten mit direkter Sonneneinstrahlung, in der Nähe von Heizkörpern oder unter Klimaanlagenöffnungen auf.

Gewicht

Der Tisch muss mindestens 34 kg (75 pounds) tragen können.

Leistungsanforderungen

5 A bei 110 V WS (Nennleistung) oder 4 A bei 220 V WS (Nennleistung) aus einer geerdeten Steckdose.

2.2 Auspacken und Überprüfung

Auspacken

So packen Sie Ihre Einheit aus:

1. Entfernen Sie die Bänder und öffnen Sie die Oberseite des Kartons.
2. Nehmen Sie das Zubehörkit heraus.
3. Entfernen Sie das Verpackungsmaterial aus dem Karton.
4. Heben Sie die Kartonseiten von der Unterseite des Kartons an, um an den Autosampler zu gelangen.

   Vorsicht: *Das Gewicht des Autosamplers beträgt ungefähr 28,6 kg (63 pounds). Zum sicheren Heben des Autosamplers sind zwei Personen erforderlich. Seien Sie vorsichtig, wenn Sie ihn herausnehmen.*

5. Heben Sie den Autosampler an der Unterseite hoch. Fassen Sie ihn nicht an der Vorderseite an.
6. Stellen Sie den 717plus Autosampler vorsichtig auf der Tischoberfläche ab. Achten Sie auf ausreichenden Platz für das Stromkabel und die Belüftung.

Komponentenliste

Der Versandkarton des Autosamplers enthält folgende Komponenten:

- Waters 717plus Autosampler
- Zubehörkit

Mitteilung von Reklamationen

Überprüfen Sie während des Auspackens die Verpackungsliste mit dem tatsächlichen Inhalt und vergewissern Sie sich, dass alle Komponenten enthalten sind. Wenn Sie Beschädigungen oder Abweichungen feststellen, setzen Sie sich sofort mit dem Spediteur und Ihrem zuständigen technischen Kundendienst in Verbindung. Kunden in Deutschland können sich an unseren technischen Kundendienst unter der Telefonnummer *0049/6196/400-600* wenden. Für Kunden in Österreich gilt die Nummer 0043/1/8771807 und für Kunden in der Schweiz gilt die Nummer 0041/62/8892030. Alle anderen Kunden können sich an ihre örtliche Waters Filiale oder an die Hauptstelle der Firma Waters unter der Telefonnummer 001/800/478-2000 (USA) wenden.

Wenn Komponenten beschädigt sind, senden Sie sie im Versandkarton zur Reklamation zurück.

2.3 Anschluss der Stromversorgung

Der Waters 717plus Autosampler kann für Wechselstrom-Eingangsspannungen von 100 bis 240 V WS bei 50/60 Hz eingestellt werden.

So schließen Sie die Stromversorgung an:

1. Stellen Sie sicher, dass sich der Ein/Aus-Schalter in der Position Off (Aus) befindet.
2. Schließen Sie das Stromkabel an den Anschluss auf der Rückseite des 717plus Autosamplers an.
3. Schließen Sie das andere Ende des Stromkabels an eine geerdete Steckdose an. Schalten Sie den 717plus Autosampler erst ein, wenn Sie alle Flüssigkeits- und Signalleitungen angeschlossen haben.

2.4 Anschluss der Flüssigkeits- und Ablassleitungen

Vorsicht: *Halten Sie sich beim Umgang mit Lösungsmitteln an die üblichen Sicherheitsvorkehrungen. Ziehen Sie die dazugehörigen Datenblätter zur Materialsicherheit zu Rate.*

Zu den Flüssigkeitsleitungen des Waters 717plus Autosamplers gehören folgende:

- **Grün**: Kunststoffschlauch für den Nadelspülungseinlass.
- **Gelb**: Kunststoffschlauch für den Nadelspülungsabfall.
- **Durchsichtig**: Kunststoffschlauch für die Reinigung des Probenschleifenabfalls.
- **Blau**: Hochdruck-Stahlrohr**,** mit 1 mm (0.04 in.) Innendurchmesser, für den Anschluss des Autosamplers an die Pumpe.
- **Rot**: Hochdruck-Stahlrohr**,** mit 0,2 mm (0.009 in.) Innendurchmesser, für den Anschluss des Autosamplers an die Säule.
- **Ablass**: Zwei durchsichtige 5 mm (1/4 in.)-Leitungen, die an die Auffangvorrichtungen auf der Unterseite des Autosamplers angeschlossen sind. Eine Leitung ist für verschüttete Lösungsmittel und Proben vorgesehen. Die andere Leitung dient für den Wasserablass, wenn die Heizung/Kühlung entfrostet wird.

Anschluss der Flüssigkeitsleitungen

So schließen Sie die Flüssigkeitsleitungen an (Abbildung 2-2):

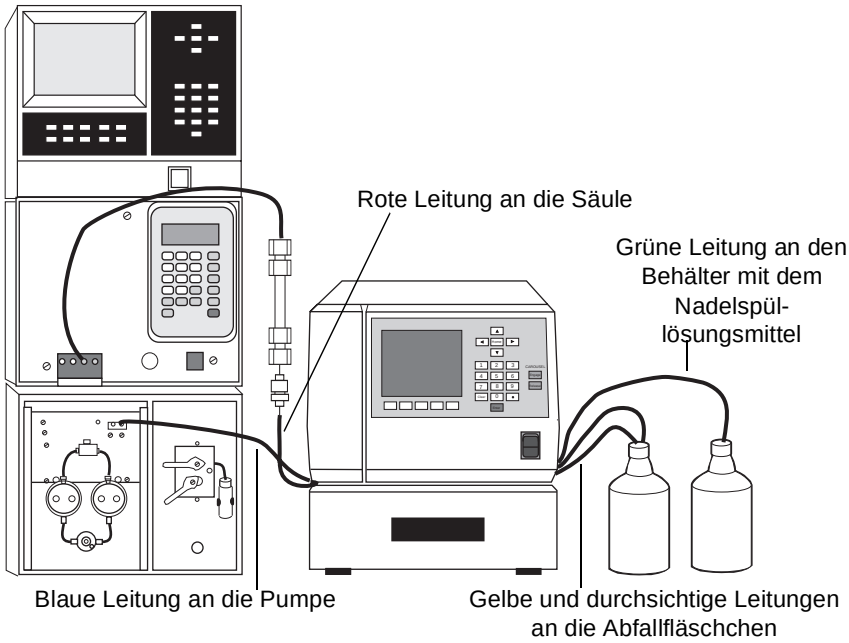

Rote Leitung an die Säule
Grüne Leitung an den Behälter mit dem Nadelspül-lösungsmittel
Blaue Leitung an die Pumpe
Gelbe und durchsichtige Leitungen an die Abfallfläschchen

Abbildung 2-2 Anschluss der Flüssigkeitsleitungen

1. Schneiden Sie das Kunststoffband durch, mit dem die Schläuche an der Rückseite des Autosamplers befestigt sind. Hierbei handelt es sich um den gelben, durchsichtigen und grünen Schlauch.
2. Füllen Sie eine Flasche mit einer gefilterten Lösung aus 90 % Methanol und 10 % Wasser. Verwenden Sie diese Lösung für die Nadelspülung während der Installation. Stellen Sie die Flasche auf die Tischoberfläche und führen Sie das Ende der grünen Leitung in die Lösung.

   Hinweis: *Weitere Informationen zur Auswahl der Nadelspüllösung für eine bestimmte Probe finden Sie unter Absatz 4.3, Auswahl des Nadelspüllösungsmittels.*

3. Führen Sie die Enden der gelben Leitung (Nadelspülungsabfall) und der durchsichtigen Leitung (Reinigungsabfall) in die entsprechenden Behälter.

4. Schließen Sie die blaue Leitung an die Pumpe an. Schließen Sie die rote Leitung erst an die Säulenöffnung an, wenn Sie das System gespült haben (siehe Absatz 3.3, Spülung des Autosamplers).

Achtung: *Stellen Sie sicher, dass sich die roten und blauen Flüssigkeitsleitungen in den Einkerbungen der Seitenplatte befinden und nicht zwischen der Abdeckung und den Seitenplatten eingeklemmt sind.*

Installation der Ablassleitungen

Schließen Sie mit Hilfe der Teile des 717plus Autosampler Zubehörkits die zwei Ablassleitungen wie folgt an die Auffangvorrichtungen auf der Unterseite des Autosamplers an (Abbildung 2-3):

1. Stellen Sie einen geeigneten Abfallbehälter für ausgelaufene Lösungsmittel und Proben unter den Tisch.
2. Schneiden Sie den 5 mm (1/4 in.)-Schlauch so zurecht, dass er bis in den Abfallbehälter des Autosamplers reicht.
3. Schieben Sie die Zugentlastung auf den Schlauch und drücken Sie sie auf das Fitting für die Lösungsmittel-Auffangvorrichtung, die sich auf der linken Seite befindet.
4. Biegen Sie den Schlauch mit dem Winkelstück.
5. Wenn Sie eine Heizung/Kühlung installiert haben, schließen Sie eine Kondensations-/Entfrostungsablassleitung an. Folgen Sie dabei den Schritten 1 bis 4.

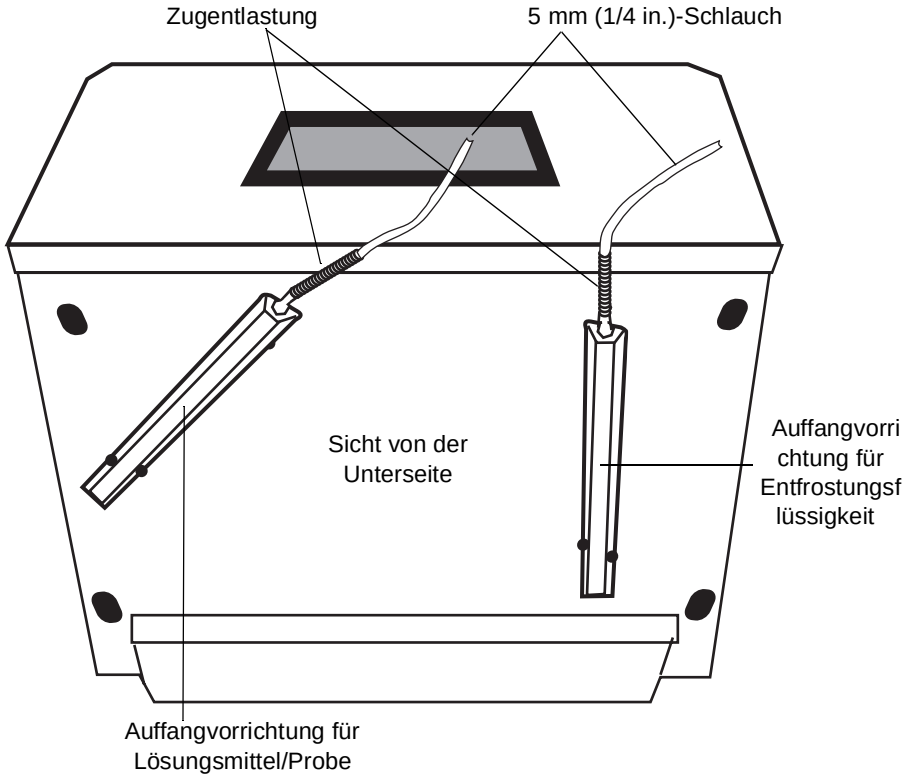


Abbildung 2-3 Anschluss der Ablassleitungen

2.5 Anschluss der Kommunikationskabel

Der 717plus Autosampler sendet Daten an die anderen LC-Systemkomponenten über die folgenden Anschlüsse auf der Rückseite des Autosamplers (Abbildung 2-4):

- **Klemmenleiste**: Kontaktschlusssignale von der Klemmenleiste auf der Rückseite ermöglichen einen Datenaustausch mit Nicht-IEEE-488-LC-Komponenten.
- **IEEE-488:** Überträgt Daten über das IEEE-Netzwerk an den System-Controller.
- **RS-232:** Sendet Daten an RS-232-basierte Datensysteme, wie zum Beispiel den Waters 746 Datenintegrator.

In diesem Abschnitt werden die oben genannten Kommunikationsanschlüsse beschrieben.

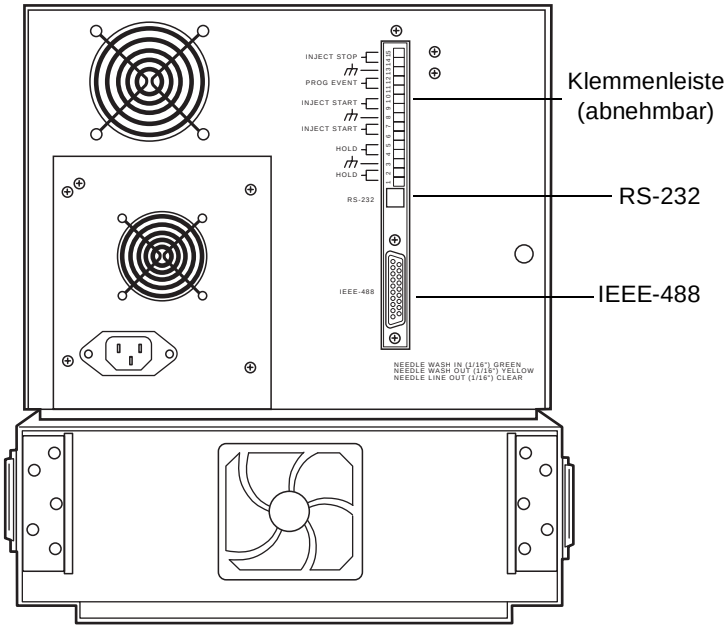


Abbildung 2-4 Rückseite des Autosamplers

2.5.1 Klemmenleistenanschlüsse

In diesem Abschnitt sind folgende Themen enthalten:

- Klemmenleistensignale
- Elektrospezifikationen
- Kabelanschlüsse
- Anschlüsse des System-Controllers
- Detektoranschlüsse
- Pumpenanschlüsse
- Anschlüsse der programmierbaren Ereignisausgangssignale

Siehe Abbildung 2-4, wenn Sie die folgenden Schritte ausführen.

Klemmenleistensignale

In Tabelle 2-1 werden die verfügbaren Signale der Klemmenleiste erläutert.

Tabelle 2-1 Klemmenleistensignale

Klemmennummer	Signalname	Beschreibung
1, 2	Hold (Anhalten)	Eingangssignal, das den Autosampler anweist, die Injektionssequenz anzuhalten.
4, 5	Hold (Anhalten)	Eingangssignal, das den Autosampler anweist, die Injektionssequenz anzuhalten.
6, 7	Inject Start (Injektionsbeginn)	Ausgangssignal, das den Beginn einer Injektion einleitet.
9, 10	Inject Start (Injektionsbeginn)	Ausgangssignal, das den Beginn einer Injektion einleitet.
11, 12	Prog Event (programmierbares Ereignis)	Programmierbares Ereignisausgangssignal.
14, 15	Inject Stop (Injektionsende)	Ausgangssignal, das auf das Ende der programmierten Laufzeit hinweist.
3, 8, 13	Ground (Masse)	Massesignal für Kabelabschirmungen

Weitere Informationen zu den mit anderen Waters Geräten verwendeten Signalen finden Sie in den entsprechenden Handbüchern.

Elektrospezifikationen

Eingangsklemmenspezifikationen (für Hold-Signal):

- TTL oder Schalterschluss
- Niedriges Steuersignal < 1,8 V
- Hohes Steuersignal > 3,0 V

- Bis ±30 V geschützt
- Mindest-Impulsdauer: 30 Millisekunden
- Maximale Stromstärke: 5 Milliampere

Ausgangsklemmenspezifikationen (Signal für Injektionsbeginn/Injektionsende):

- Kontaktschluss
- Maximale Leistung:10 W
- Maximale Stromstärke: 0,5 A bei 20 V
- Maximale Spannung: 40 V GS bei 0,25 A

Achtung: *Schließen Sie die zwei Kabel nicht an dieselbe Autosampler Klemme der Klemmenleiste an.*

Achtung: *Um die Zulassungsbestimmungen hinsichtlich des Schutzes gegen externe elektrische Störungen zu erfüllen, die die Leistung dieses Instruments beeinträchtigen können, verwenden Sie beim Anschluss der Geräte an die Klemmenleiste nur Kabel, die kürzer als 3 m (9.8 ft.) sind. Achten Sie zusätzlich darauf, dass Sie stets die Abschirmung des Kabels an den Masseanschluss bei jeweils nur einem Instrument anschließen.*

Kabelanschlüsse

Erforderliche Werkzeuge:

- Kleiner Schraubenzieher
- Abisoliermesser
- Signalkabel des 717plus Autosampler Zubehörkits

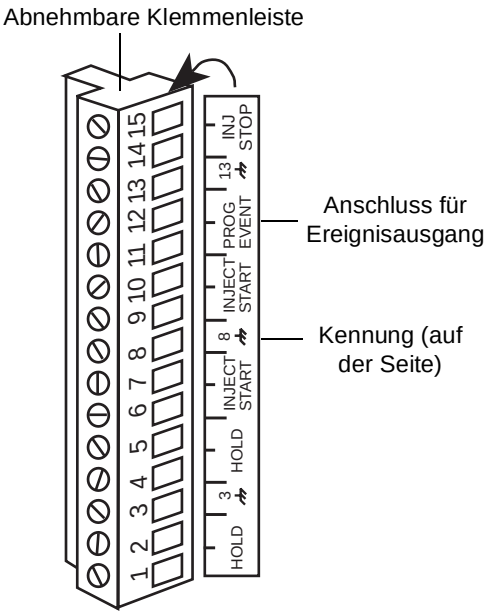

Abnehmbare Klemmenleiste
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
HOLD 3 HOLD INJECT START 8 INJECT START PROG EVENT 13 INJ STOP
Anschluss für Ereignisausgang
Kennung (auf der Seite)

Abbildung 2-5 Klemmenleiste

So schließen Sie die Kabel von anderen LC-Geräten an die Klemmenleiste auf der Rückseite an (Abbildung 2-5):

1. Um den Anschluss der Kabel zu erleichtern, nehmen Sie die Klemmenleiste von der Rückseite ab (Abbildung 2-4).
2. Schneiden Sie 5 mm (1/4 in.) der Isolierung von jedem Draht am Ende des Signalkabels ab.
3. Führen Sie den freigelegten Draht in den entsprechenden Anschluss ein und sichern Sie ihn durch Festschrauben des Anschlusses.

Hinweis: *Wenn mehrere Komponenten das Signal Injection Start (Injektionsbeginn) erfordern, verwenden Sie die einzelnen Klemmen INJECT START für jede Komponente. Die maximalen Werte eines offenen Stromkreises für eine Klemme dürfen 0,5 A und 20 V nicht überschreiten.*

Hinweis: *Einige System-Controller ermöglichen keine Injektionen unter 1 µL. Um Injektionen mit weniger als 1 µL durchzuführen, betreiben Sie den Waters 717plus Autosampler nicht über den IEEE-Bus.*

Anschlüsse des System-Controllers

Mithilfe eines Signals (Kontaktschluss) vom Waters 717plus Autosampler kann ein Waters System-Controller den Start von Detektoren, Pumpen und Computern koordinieren. Weitere spezifische Informationen zum Programmieren von System-Controllern finden Sie in der entsprechenden Bedienungsanleitung des System-Controllers.

Zum Anschluss eines System-Controllers schließen Sie die Klemme Inject Start an den Autosampler an, wie in Tabelle 2-2 beschrieben.

Tabelle 2-2 Anschlüsse des System-Controllers

Autosampler Klemmenleiste	Controller	Controller-Klemmenleiste
Inject Start (Injektionsbeginn)	Millennium® Chromatographiemanager	Event In (Ereigniseingang) für Kanal 1 oder 2
Inject Start (Injektionsbeginn)	ExpertEase™ SAT/IN™	Event In (Ereigniseingang) für Kanal 1 oder 2
Inject Start (Injektionsbeginn)	ExpertEase SIM	Start Inject (Injektionsbeginn) und COM
Inject Start (Injektionsbeginn)	Serie 600	INJ und GND
Inject Start (Injektionsbeginn)	Maxima™ Watch Dog Event Box	IN 1 oder IN 2

LAC/E Anschlüsse

Verwenden Sie das Signal Inject Start (Injektionsbeginn) des Waters 717plus Autosamplers, wenn folgende Bedingungen vorliegen:

- Das LAC/E™ System enthält Komponenten, zum Beispiel Detektoren, die nicht an den IEEE-488-Bus angeschlossen sind.
- Die ExpertEase Multi-Methode ist auf „Start by Injector“ (Start durch Injektor) eingestellt.

Detektoranschlüsse

Waters Detektoren verwenden das Signal Inject Start (Injektionsbeginn) für Folgendes:

- Automatische Nulleinstellung
- Beginn der Datenübertragung
- Diagramm-Markierung des Detektors

Weitere spezifische Informationen zum Programmieren von Detektoren für eine automatische Nulleinstellung finden Sie in der entsprechenden Bedienungsanleitung des Detektors.

Automatische Nulleinstellung

Zum Aktivieren einer automatischen Nulleinstellung schließen Sie die Klemme Inject Start an den Autosampler an, wie in Tabelle 2-3 beschrieben.

Tabelle 2-3 Anschlüsse für eine automatische Nulleinstellung

Autosampler Klemmenleiste	Detektor	Detektor-Klemmenleiste
Inject Start (Injektionsbeginn)	490E	Event In 1 (Ereigniseingang 1)
Inject Start (Injektionsbeginn)	996	Event In 1 (Ereigniseingang 1)
Inject Start (Injektionsbeginn)	Andere Waters Detektoren	Auto Zero (automatische Nulleinstellung)

Detektor-Datenübertragung und Diagramm-Markierung

Mit Hilfe des Signals Inject Start (Injektionsbeginn) des Waters 717plus Autosamplers kann ein Waters Detektor Folgendes ausführen:

- Start der Datenübertragung über den IEEE-488-Bus, wenn der Autosampler eine Injektion einleitet.

  Hinweis: *Wenn Sie Start by LAC/E (Start durch LAC/E) einstellen, ist das Signal Inject Start (Injektionsbeginn) nicht erforderlich.*

- Aufzeichnung des Injektionsbeginns auf einem Bandschreiber

Weitere spezifische Informationen zum Anschluss eines Bandschreibers an den Detektor finden Sie in der entsprechenden Bedienungsanleitung des Detektors.

Zum Aktivieren eines Detektors für Aufzeichnungen auf einem Bandschreiber schließen Sie die Klemme Inject Start (Injektionsbeginn) an den Autosampler an, wie in Tabelle 2-4 beschrieben.

Tabelle 2-4 Anschlüsse für Diagramm-Markierung

Autosampler Klemmenleiste	Detektor	Detektor-Klemmenleiste
Inject Start (Injektionsbeginn)	490E	Event In 1 (Ereigniseingang 1)
Inject Start (Injektionsbeginn)	996	Event In 1 (Ereigniseingang 1)
Inject Start (Injektionsbeginn)	Andere Waters Detektoren	Chart Mark (Diagramm-Markierung)

Pumpenanschlüsse

Waters Gradienten-Controller der Serie 600 können mit dem Signal Hold (Anhalten) die nächste Injektion anhalten. Schließen Sie den Waters 717plus Autosampler an die Pumpe der Serie 600 wie folgt an:

Autosampler	Serie 600
HOLD	HOLD und GRN

Anschlüsse für Ereignisausgangssignal

Schließen Sie ein Signalkabel an die Klemmen Prog Event der 717plus Autosampler Klemmenleiste (Stifte 11 und 12, Stift 13 für Masse) an (Abbildung 2-5).

2.5.2 Anschlüsse über das IEEE-488-Netzwerk

Der IEEE-488-Bus stellt eine Kommunikationsverbindung zwischen dem Waters 717plus Autosampler und System-Controllern dar, wie zum Beispiel dem Millennium

Chromatographiemanager, den ExpertEase Datensystemen (über ein LAC/E Modul) und den System-Controllern der Serie 600.

Anschlüsse über den IEEE-488-Bus

Wenn alle Instrumente ausgeschaltet sind, schließen Sie die Kabel wie folgt an (Abbildung 2-6):

Achtung: *Schalten Sie vor dem Anschluss der Kabel alle Instrumente am IEEE-488-Bus aus.*

1. Schließen Sie ein Ende des IEEE-488-Kabels an den IEEE-Anschluss des 717plus Autosamplers an.
2. Schließen Sie das andere Ende des IEEE-488-Kabels an einen System-Controller oder an eine beliebige IEEE-488-Komponente an.

   Vergewissern Sie sich, dass alle Schrauben des IEEE-Kabels fest angezogen sind.

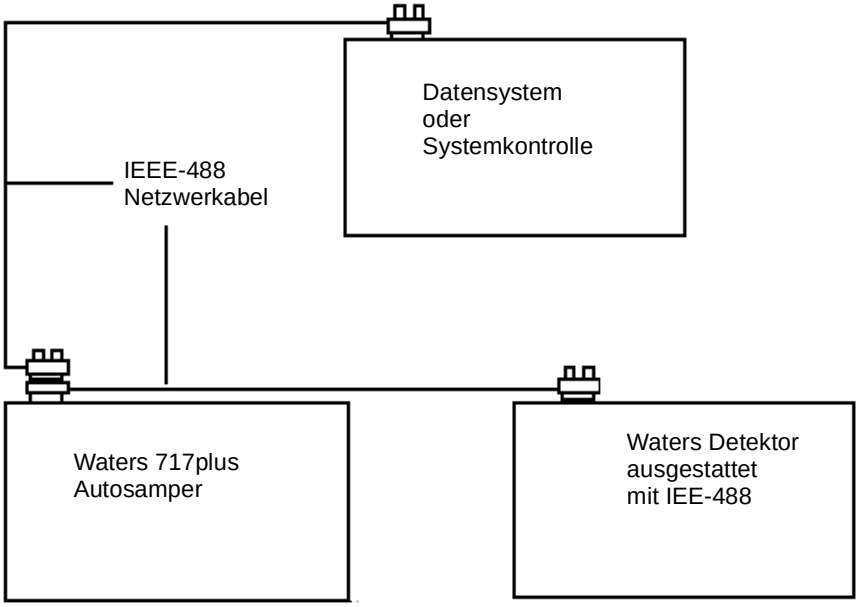


Abbildung 2-6 IEEE-488-Anschlüsse

Einstellung der IEEE-488-Adressen

Zur Datenübertragung an einen PowerLine System-Controller oder LAC/E muss jedes Gerät am IEEE-488-Kommunikationsbus über eine eindeutige individuelle Adresse verfügen.

Hinweis: *Wenn Sie den Autosampler über das IEEE-488-Netzwerk verwenden möchten, müssen Sie die IEEE-488-Adresse des Autosamplers ändern (siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb).*

2.5.3 Anschluss des RS-232-Ausgangs an das Datenmodul

Der RS-232-Anschluss auf der Rückseite des Autosamplers ermöglicht die Übertragung von Injektionsparametern an einen Datenintegrator, beispielsweise den Waters 746 Datenintegrator.

Sie können den RS-232-Anschluss für jedes Gerät verwenden, das den ASCII-Code lesen kann.

Zum Anschluss der Geräte an den RS-232-Anschluss verbinden Sie das Kabel mit der angepassten Telefonbuchse auf der Rückseite des Waters 717plus Autosamplers.

Hinweis: *Die RS-232-Parameter (Tabelle 2-5) können nicht vom Anwender konfiguriert werden.*

Tabelle 2-5 RS-232-Parameter

Parameter	**Wert**
Baud-Rate	1200
Anzahl der Bits	8
Anzahl der Stoppbits	1
Parität	Keine

2.6 Änderung der Hardwarekonfiguration

In diesem Abschnitt sind folgende Themen enthalten:

- Entfernung der Autosampler Abdeckung
- Installation der Heizung/Kühlung
- Installation der zusätzlichen Probenschleife

2.6.1 Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Autosampler Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die folgenden Schritte ausführen.*

Entfernung der Abdeckung

So entfernen Sie die Autosampler Abdeckung (Abbildung 2-7):

1. Schalten Sie den Autosampler aus und trennen Sie das Stromkabel von der Stromversorgung.
2. Entfernen Sie die Spritzenabdeckung und lösen Sie die Befestigungsschraube der Abdeckung, die sich rechts neben der magnetischen Verriegelung befindet.
3. Schieben Sie die Abdeckung zurück, bis die Stützen auf der Rückseite frei liegen.

4. Stellen Sie sicher, dass die roten und blauen Flüssigkeitsleitungen nicht in den Einkerbungen der Seitenabdeckung liegen.
5. Heben Sie die Abdeckung an und schieben Sie sie vollständig zurück.

Achtung: *Bringen Sie stets die 717plus Autosampler Abdeckung an, um die HF- und EMI-Abschirmung zu gewährleisten.*

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, öffnen Sie niemals die Abdeckung der Stromversorgung. Die Stromversorgung enthält keine Komponenten, die vom Anwender gewartet werden können.*

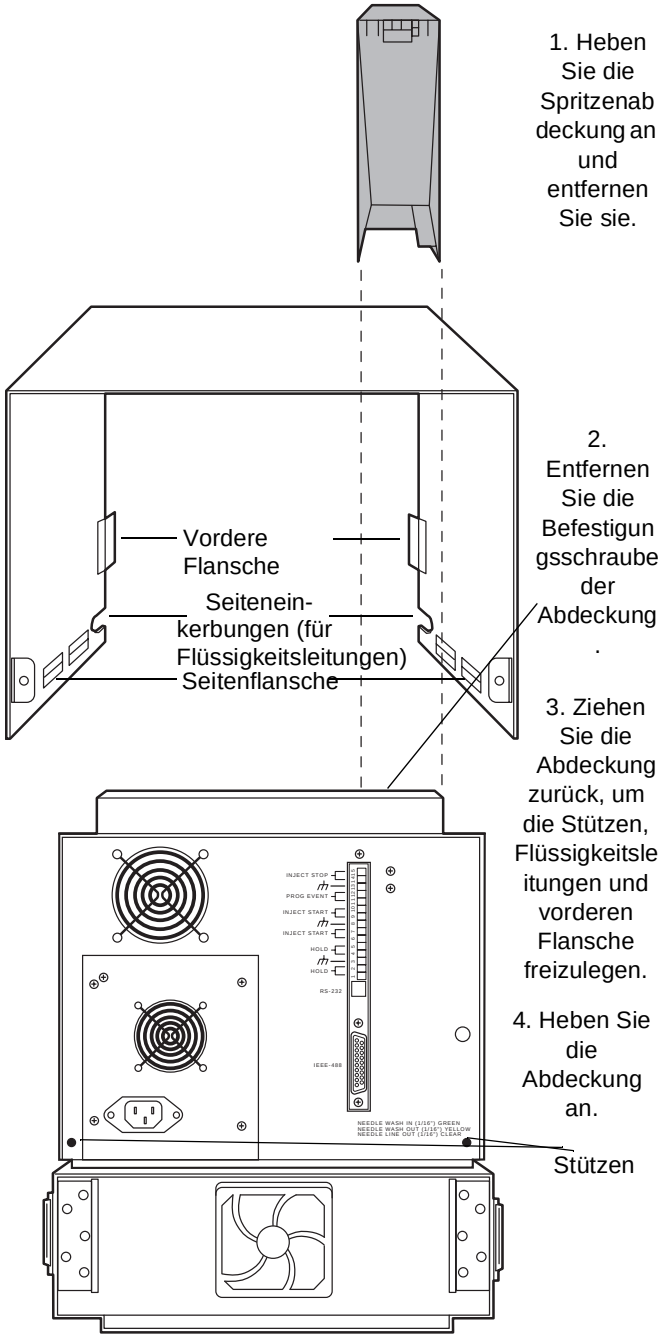

1. Heben Sie die Spritzenab deckung an und entfernen Sie sie.
2. Entfernen Sie die Befestigun gsschraube der Abdeckung .
Vordere Flansche
Seitenein- kerbungen (für Flüssigkeitsleitungen)
Seitenflansche
3. Ziehen Sie die Abdeckung zurück, um die Stützen, Flüssigkeitsle itungen und vorderen Flansche freizulegen.
4. Heben Sie die Abdeckung an.
Stützen

Abbildung 2-7 Entfernung der Autosampler Abdeckung

Anbringung der Abdeckung

So bringen Sie die Autosampler Abdeckung an:

1. Senken Sie die Abdeckung auf den Autosampler ab und lassen Sie zwischen der Abdeckung und der Vorderseite 5 cm (2-in.) Platz.
2. Bevor Sie die Abdeckung nach vorne schieben, stellen Sie sicher, dass sich die roten und blauen Flüssigkeitsleitungen in den Seiteneinkerbungen befinden und die Flansche über die Seiten der Grundplatte passen.
3. Schieben Sie die Abdeckung nach vorne, bis sie auf den Stützen der Rückseite sitzt.
4. Sichern Sie die Befestigungsschraube der Abdeckung rechts neben der magnetischen Verriegelung und bringen Sie die Spritzenabdeckung wieder an.
5. Schließen Sie das Stromkabel wieder an.

2.6.2 Installation der Heizung/Kühlung

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Autosampler Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die folgenden Schritte ausführen.*

In diesem Abschnitt werden die folgenden Verfahren beschrieben:

- Entfernung der hinteren Kammer
- Installation der Heizung/Kühlung
- Anschluss des Stromkabels für die Heizung/Kühlung
- Installation des Temperaturfühlers

So installieren Sie die Heizung/Kühlung:

1. Trennen Sie das Stromkabel von der Stromversorgung und nehmen Sie die Autosampler Abdeckung ab (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung).
2. Entfernen Sie die hintere Kammer durch Entriegeln der seitlichen Klammern und ziehen Sie die Kammer zurück.
3. Schieben Sie die Heizung/Kühlung in den Autosampler, bis die seitlichen Klammerverriegelungen einrasten. Achten Sie darauf, dass die Isolierung nicht beschädigt wird.
4. Befestigen Sie die Heizung/Kühlung des Autosamplers mit den zwei seitlichen Klammern (Abbildung 2-8).

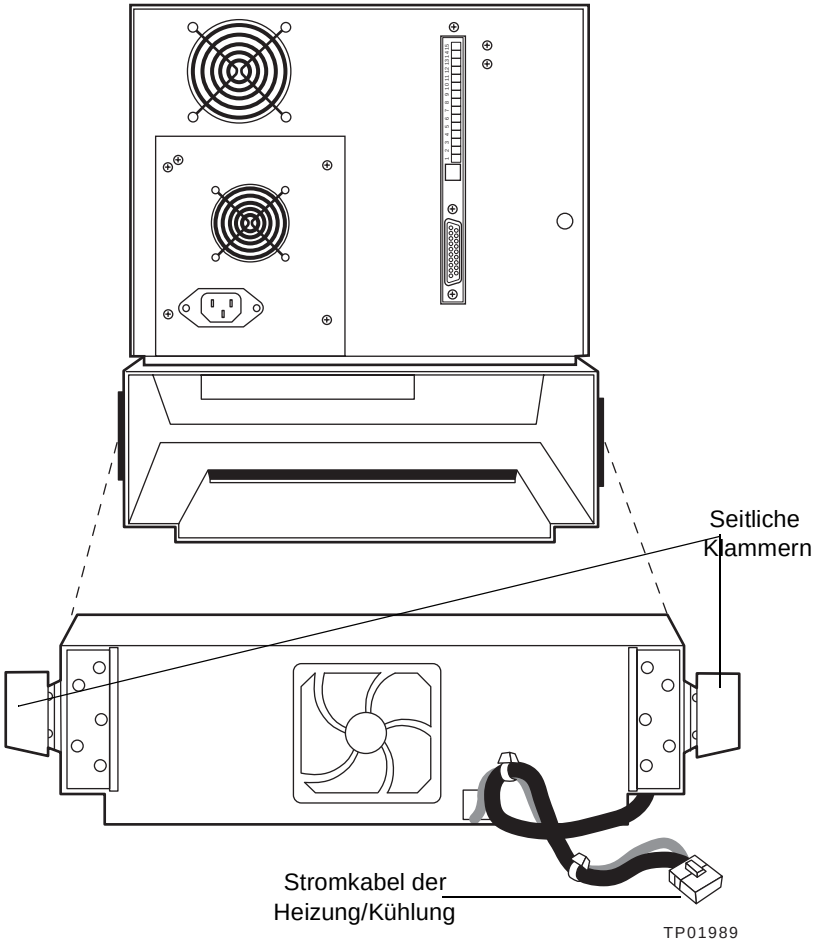


Abbildung 2-8 Installation der Heizung/Kühlung

5. Schieben Sie das Stromkabel durch die Öffnung im Chassis und schließen Sie es an den J20-Anschluss auf der Hauptplatine an (Abbildung 2-9).

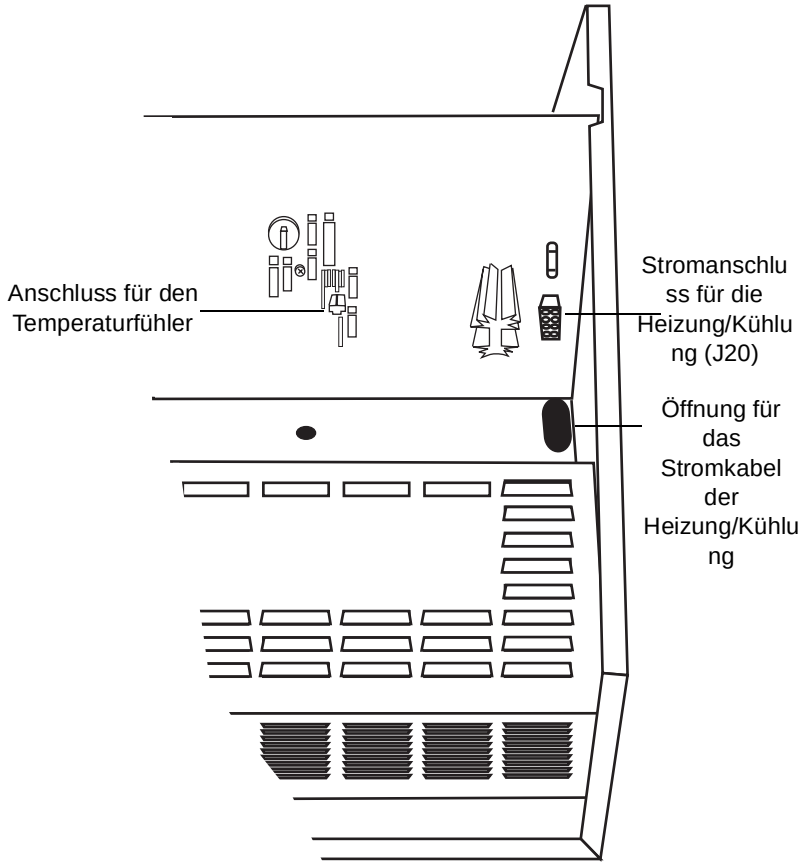

Anschluss für den Temperaturfühler
Stromanschluss für die Heizung/Kühlung (J20)
Öffnung für das Stromkabel der Heizung/Kühlung

Abbildung 2-9 Anschluss des Stromkabels für die Heizung/Kühlung und des Temperaturfühlers

6. Schieben Sie den Temperaturfühler durch die Durchführungsdichtung, die sich auf der Grundplatte der Einheit hinter dem Karussellantrieb befindet (Abbildung 2-10). Schieben Sie den Temperaturfühler so weit nach unten, bis er den Anschlag erreicht.

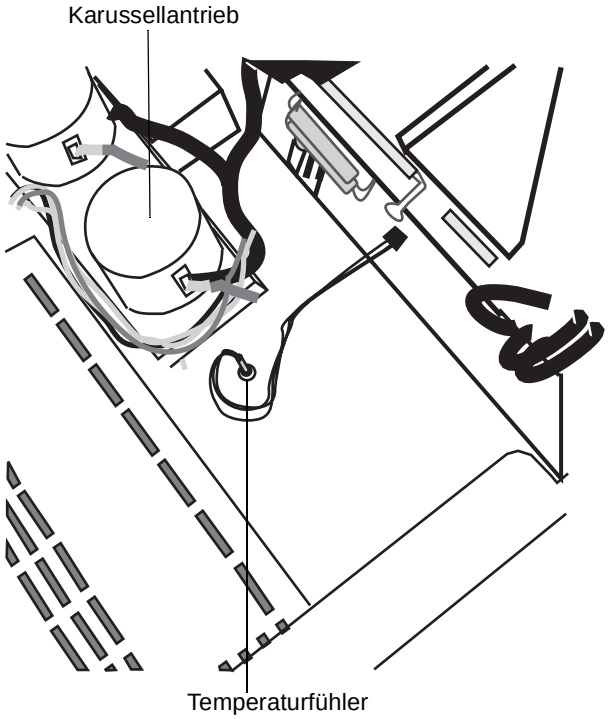


Abbildung 2-10 Installation des Temperaturfühlers

7. Verbinden Sie den Temperaturfühleranschluss mit der Hauptplatine. Der Temperaturfühler wird über den Anschluss J18 an die Hauptplatine angeschlossen, der sich rechts unten an der Batterie befindet (siehe Abbildung 2-9).
8. Bringen Sie die Autosampler Abdeckung wieder an (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung) und schließen Sie das Stromkabel an.

2.6.3 Installation der großen Probenschleife

Wenn Sie Probenvolumen über 200 µL injizieren möchten, müssen Sie die zusätzliche Probenschleife installieren.

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Autosampler Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die folgenden Schritte ausführen.*

Erforderliche Werkzeuge:

- 8 mm (5/16 in.)-Schraubenschlüssel
- Anpassbarer Schraubenschlüssel
- Zusätzliche Schleife des 717plus Autosampler Zubehörkits
- Verbindungsstück des 717plus Autosampler Zubehörkits

So installieren Sie die Schleife:

1. Stellen Sie auf der 717plus Tastatur die Systemfließgeschwindigkeit auf 0 mL/min ein.
2. Schalten Sie den Autosampler aus, trennen Sie das Stromkabel von der Stromversorgung und nehmen Sie die Autosampler Abdeckung ab (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung.
3. Trennen Sie die Probenschleife mit Hilfe des 8 mm (5/16-in.)-Schraubenschlüssels vom Filter (Abbildung 2-11).

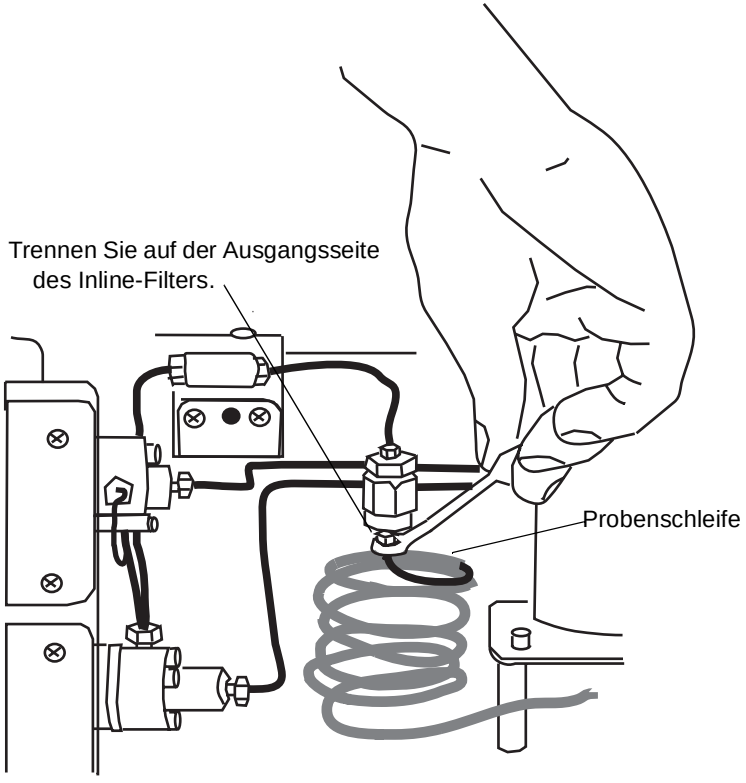


Abbildung 2-11 Trennung der Probenschleife

4. Schließen Sie die zusätzliche Schleife an den Filter an.
5. Schließen Sie die zusätzliche Schleife mit Hilfe des Verbindungsstücks aus dem Zubehörkit an die Probenschleife an.
6. Bringen Sie die Abdeckung wieder an, schließen Sie das Stromkabel an und schalten Sie den Autosampler ein.
7. Führen Sie die Konfigurationsschritte vollständig aus, wie in Absatz 3.6.3, Eingabe von Hardwareänderungen beschrieben.

Wenn die zusätzliche Schleife zu einem vorher konfigurierten Autosampler hinzugefügt wurde, führen Sie die Schritte in den folgenden Abschnitten aus:

- Absatz 3.3, Spülung des Autosamplers
- Absatz 3.7, Systemüberprüfung
- Absatz 4.5.2, Durchführung von Reinigungen

Kapitel 3
Inbetriebnahme und Konfiguration

In diesem Kapitel werden die Schritte zum Starten, Kalibrieren, Konfigurieren, Überprüfen und Abschalten des Waters 717plus Autosamplers beschrieben.

3.1 Einschalten des Autosamplers

Hinweis: *Wenn der 717plus Autosampler als Teil des IEEE-488-Systems verwendet wird, schalten Sie ihn ein, bevor Sie den System-Controller einschalten.*

Einschalten

So schalten Sie den 717plus Autosampler ein:

1. Drücken Sie den Schalter **1/0** (Ein/Aus) (Abbildung 3-1) auf der Vorderseite.

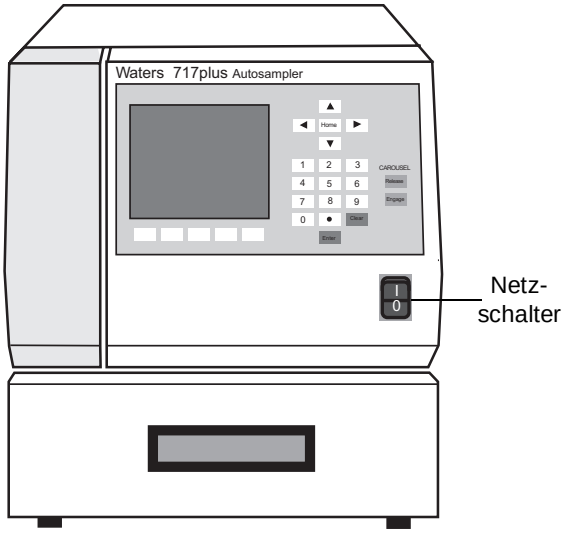


Abbildung 3-1 Position des Netzschalters

2. Warten Sie, bis die Initialisierungssequenz vollständig abgeschlossen ist und die Meldung IDLE (Leerlauf) in der oberen linken Ecke angezeigt wird (Abbildung 3-2).

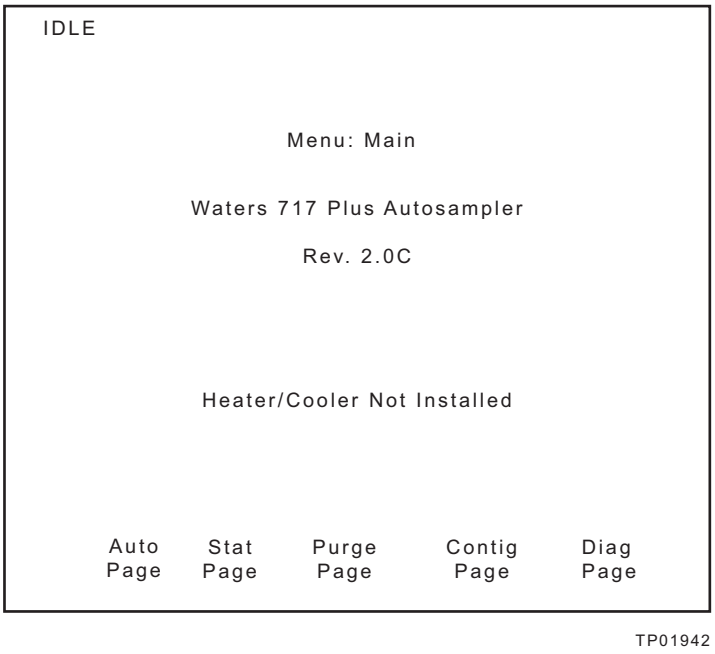


Abbildung 3-2 Hauptmenü

Anpassung des Anzeigekontrasts

Wenn Sie das Hauptmenü nicht erkennen können oder die Lesbarkeit verbessert werden muss, passen Sie den Anzeigekontrast wie folgt an:

- Wenn die Anzeige blau ist, drücken Sie die Taste mit dem **Pfeil nach oben** für den Anzeigekontrast (siehe Abbildung 3-3), bis der Text klar angezeigt wird.
- Wenn die Anzeige weiß ist, drücken Sie die Taste mit dem **Pfeil nach unten** für den Anzeigekontrast (siehe Abbildung 3-3), bis der Text klar angezeigt wird.

3.2 Verwendung der Tastatur auf der Vorderseite

Mit Hilfe der Tastatur auf der Vorderseite (Abbildung 3-3) können Sie das 717plus System konfigurieren und Injektionen programmieren.

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Zugriff auf Menüs mit Hilfe der Menüfunktionstasten
- Eingabe von Betriebsparametern mit Hilfe der Tastatur

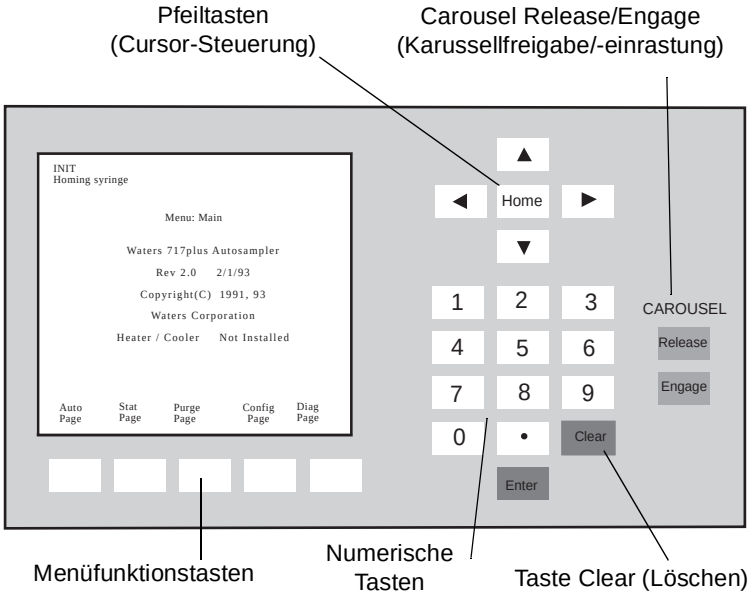


Abbildung 3-3 Vorderseite

3.2.1 Zugriff auf Menüs

Das Hauptmenü (Abbildung 3-2) ermöglicht den Zugriff auf die Hauptsystemvorgänge (Tabelle 3-4)..

Abbildung 3-4 Menüfunktionen

Funktions-taste	Menü	Funktion
Auto Page (Seite für automati-schen Probelauf)	Auto run (auto-matischer Probelauf)	Programmierung und Ausführung von Probennahmemethoden

Abbildung 3-4 Menüfunktionen

Funktions-taste	Menü	Funktion
Stat Page (Seite für statischen Probelauf)	Stat run (statischer Probelauf)	Unterbrechung eines programmierten Probelaufs für Prioritätsproben
Purge Page (Seite für Reinigung)	Purge and compressibility (Reinigung und Komprimierbarkeit)	Reinigung der Probenschleife und Prüfung der Komprimierbarkeit der mobilen Phase
Config Page (Konfigurationsseite)	Configuration (Konfiguration)	Einstellung der Hardware- und LC-Systemkonfigurationsparameter
Diag Page (Diagnoseseite)	Diagnostics (Diagnose)	Kalibration von Injektoren, Prüfung von Ventilen und Durchführung von Wartungsarbeiten

Mit den Funktionstasten unter der Anzeige können Sie auf zusätzliche Menüs zugreifen. Die Anordnung der Menüs ist im Flussdiagramm des Systemmenüs dargestellt (Abbildung 3-5).

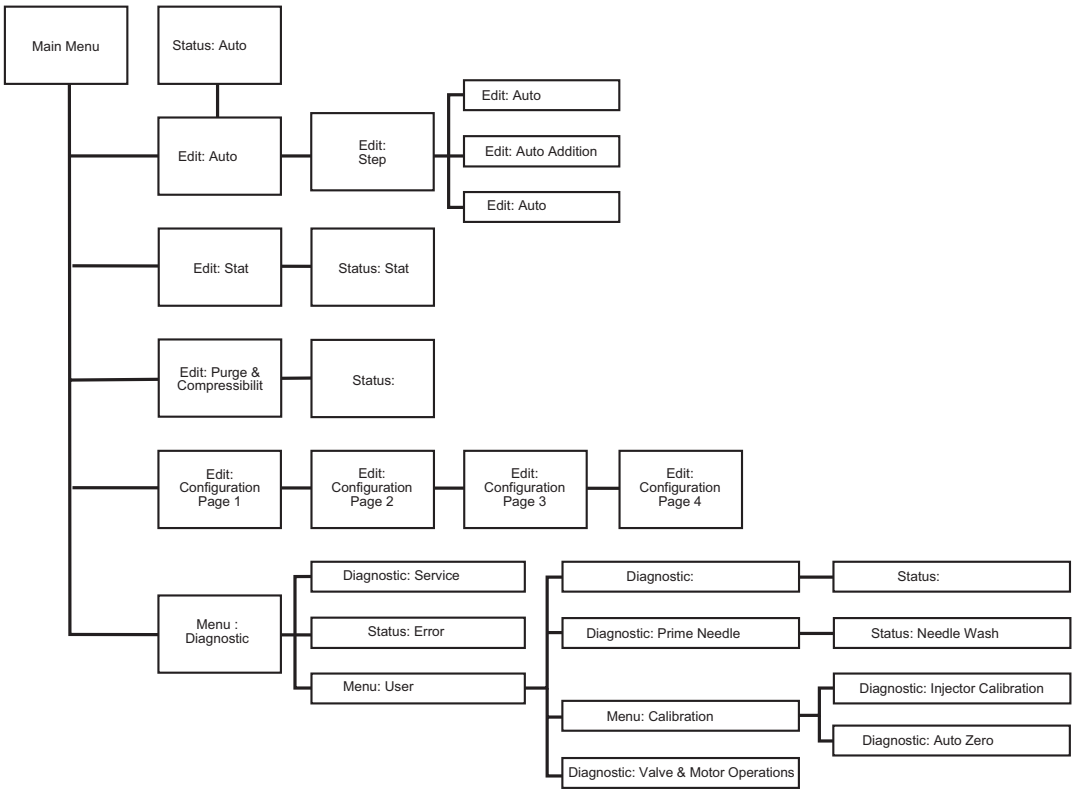


Abbildung 3-5 Menü-Flussdiagramm des 717plus Autosamplers

3.2.2 Eingabe von Betriebsparametern

So geben Sie Betriebsparameter ein:

1. Öffnen Sie das entsprechende Menü durch Drücken der Monitorfunktionstaste.
2. Verwenden Sie die Pfeiltasten (Abbildung 3-2), um die zu ändernden Parameter zu markieren.
3. Wenn der Parameter über zwei oder mehrere Werte verfügt, markieren Sie den gewünschten Wert und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste).
4. Wenn der Parameter über einen Wert verfügt, geben Sie den Wert mit den numerischen Tasten ein und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste), um den neuen Wert zu speichern.

5. Wenn Ihnen ein Fehler unterlaufen ist, drücken Sie auf **Clear** (Löschen), um den Wert im aktuellen Parameterfeld zu löschen.

3.3 Spülung des Autosamplers

Hinweise zu Lösungsmitteln

Achten Sie beim Spülen oder Reinigen des 717plus Autosamplers darauf, dass das Lösungsmittel ordnungsgemäß entgast wurde und mit der vorherigen mobilen Phase im Autosampler mischbar ist.

Spülung

So spülen Sie den 717plus Autosampler:

1. Führen Sie die rote Leitung in einen Abfallbehälter, um das Lösungsmittel aufzunehmen.
2. Stellen Sie die Pumpe der mobilen Phase so ein, dass 1 mL/min von 100 prozentigem Methanol zugeführt wird.
3. Pumpen Sie die mobile Phase für 10 Minuten oder so lange, bis die Luft vollständig aus dem Autosampler entfernt wurde (keine Bläschen im Abfallbehälter).

3.4 Kalibration des Seal Pak

Der Waters 717plus Autosampler Seal Pak muss bei der Inbetriebnahme oder nach der Installation bzw. Wartung kalibriert werden.

Die Injektorkalibration umfasst folgende Vorgänge:

- Reinigung des Autosamplers
- Automatische Nulleinstellung des Transducers
- Kalibration des Seal Pak

3.4.1 Reinigung des Autosamplers

Reinigen Sie den Seal Pak vor der Kalibration, um zu gewährleisten, dass sich keine Luft im Autosampler befindet, dass die mobile Phase frisch ist und dass sich keine Bläschen in der Spritze befinden.

1. Verwenden Sie eine entgaste Lösung von 100 %igem Methanol und stellen Sie die Lösungsmittelzuführungspumpe auf 1 mL/min ein.
2. Entfernen Sie die Spritzenabdeckung, um festzustellen, ob sich Bläschen in der Spritze befinden.
3. Drücken Sie im Hauptmenü auf **Edit Purge** (Reinigung bearbeiten). Das Menü Purge and Compressibility (Reinigung und Komprimierbarkeit) wird angezeigt (Abbildung 3-14), in dem die Standardparameterwerte angegeben sind.
4. Stellen Sie die Funktion Compression Check (Kompressionsüberprüfung) auf **No** (Nein) ein und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste). Drücken Sie dann auf **Start Purge** (Reinigung starten).
5. Führen Sie mindestens zwei Reinigungen durch, bevor Sie den Seal Pak kalibrieren.
6. Wenn durch die Reinigung die Bläschen nicht aus der Spritze entfernt werden können, führen Sie eine manuelle Reinigung durch (Absatz 1.4.1, Manuelle Reinigung der Spritze).

3.4.2 Automatische Nulleinstellung des Transducers

Durch die automatische Nulleinstellung des Transducers wird gewährleistet, dass die Druckwerte genau sind.

So stellen Sie den Transducer auf Null ein:

1. Stellen Sie sicher, dass der Systemdruck 0 psi beträgt.
2. Stellen Sie die Pumpenfließgeschwindigkeit auf 0 mL/min ein.
3. Zur Aktivierung der automatischen Nulleinstellung des Transducers drücken Sie die im folgenden Flussdiagramm dargestellten Tasten (Abbildung 3-6).

Nachdem Sie auf Autozero Pressure (automatische Nulleinstellung des Drucks) gedrückt haben, benötigt das System ungefähr 2 Minuten, um den Druck automatisch auf Null einzustellen.

Wenn das System nicht automatisch auf Null eingestellt werden kann, stellen Sie den Transducer manuell ein (Absatz 1.4.3, Manuelle Einstellung des Transducers).

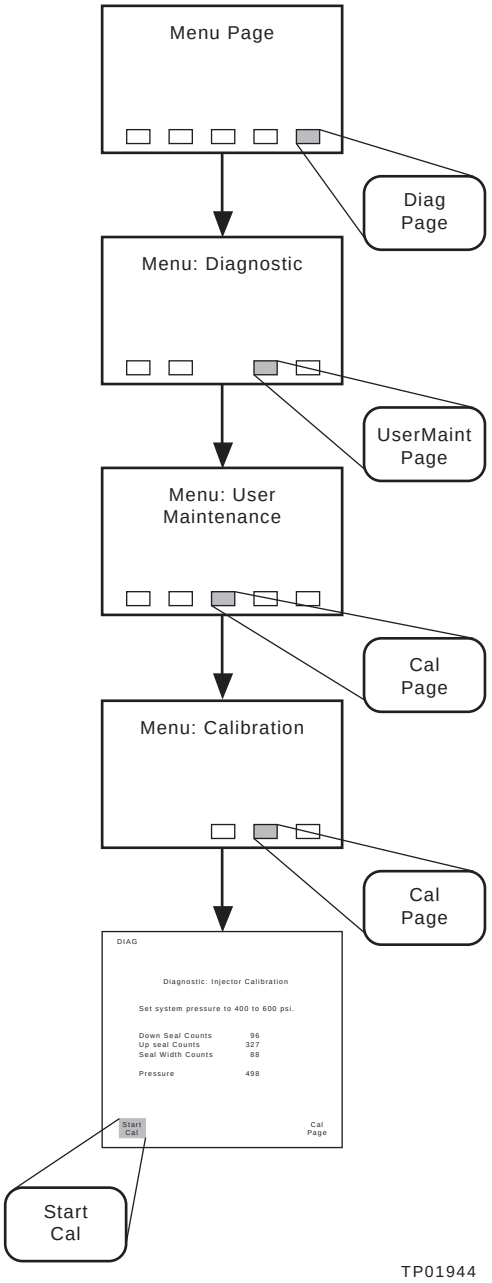


Abbildung 3-6 Pfad zur Seite Auto Zero Pressure (automatische Nulleinstellung des Drucks)

3.4.3 Kalibration des Seal Pak

Der Autosampler muss in folgenden Fällen kalibriert werden:

- Nach der ersten Installation
- Nach dem Austausch des Seal Pak und der Nadel

Vor der Kalibration

Stellen Sie vor der Kalibration des Seal Pak Folgendes sicher:

- Es wurden zwei Reinigungen durchgeführt.
- Der Pumpendruck liegt zwischen 400 und 600 psi und die Fließgeschwindigkeit beträgt mindestens 0,5 mL/min.
- Als Lösungsmittel wird 100 %iges entgastes Methanol verwendet.
- Die Pumpe der mobilen Phase unterliegt keinen Druckschwankungen.
- Entfernen Sie die Säule, wenn sie auf plötzliche Druckänderungen empfindlich reagiert.

So kalibrieren Sie den Seal Pak:

1. Stellen Sie die Pumpenfließgeschwindigkeit so ein, dass der Pumpendruck zwischen 400 und 600 psi liegt.

   Hinweis: *Um einen ausreichenden Gegendruck ohne Säule zu erreichen, ist es unter Umständen erforderlich, die rote Leitung mit dem Verbindungsstück und dem im 717plus Zubehörkit enthaltenen Fittingsstopfen teilweise zu verschließen.*

2. Zum Ausführen der Kalibration des Seal Pak drücken Sie die im folgenden Flussdiagramm dargestellten Tasten (Abbildung 3-7).

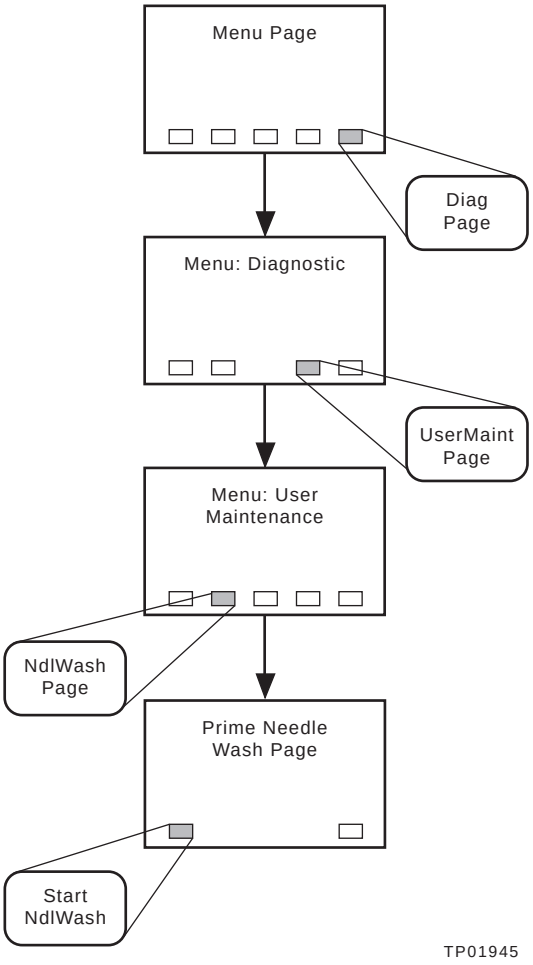


Abbildung 3-7 Pfad zur Seite Seal Pak Calibration (Kalibration des Seal Pak)

3.5 Entlüftung der Nadelspülpumpe

So entlüften Sie die Nadelspülpumpe:

1. Achten Sie darauf, dass sich die Nadelspülzuführungsleitung (grün) in der Lösungsmittelflasche und die Abfallleitung (gelb) in einem entsprechenden Behälter befinden.

2. Zur Entlüftung der Nadelspülpumpe drücken Sie die im folgenden Flussdiagramm dargestellten Tasten (Abbildung 3-8).

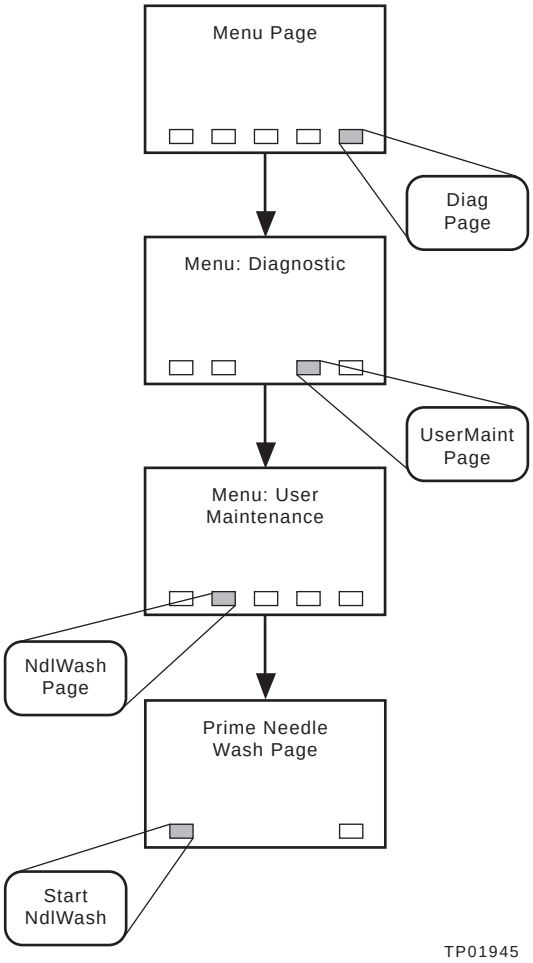


Abbildung 3-8 Entlüftung der Nadelspülpumpe

3. Wenn das Lösungsmittel nach 30 Sekunden nicht aus der Abfallleitung abfließt, drücken Sie erneut auf **Start NdlWash** (Nadelspülung starten).

3.6 Konfiguration des Autosamplers

Die Konfiguration des Waters 717plus Autosamplers erfordert Folgendes:

- Einstellung der Parameter, um den Datenaustausch des Autosamplers mit anderen Modulen im LC-System zu aktivieren
- Aufzeichnung der Änderungen der Autosampler Hardware (Spritzengröße und Probenschleifenvolumen)

3.6.1 Übersicht über die Konfiguration

Das Autosampler Konfigurationsflussdiagramm (Abbildung 3-9) bietet eine Übersicht über die 717plus Konfiguration.

In Tabelle 3-1 ist eine Zusammenfassung der Parameter der verschiedenen Konfigurationsseiten dargestellt.

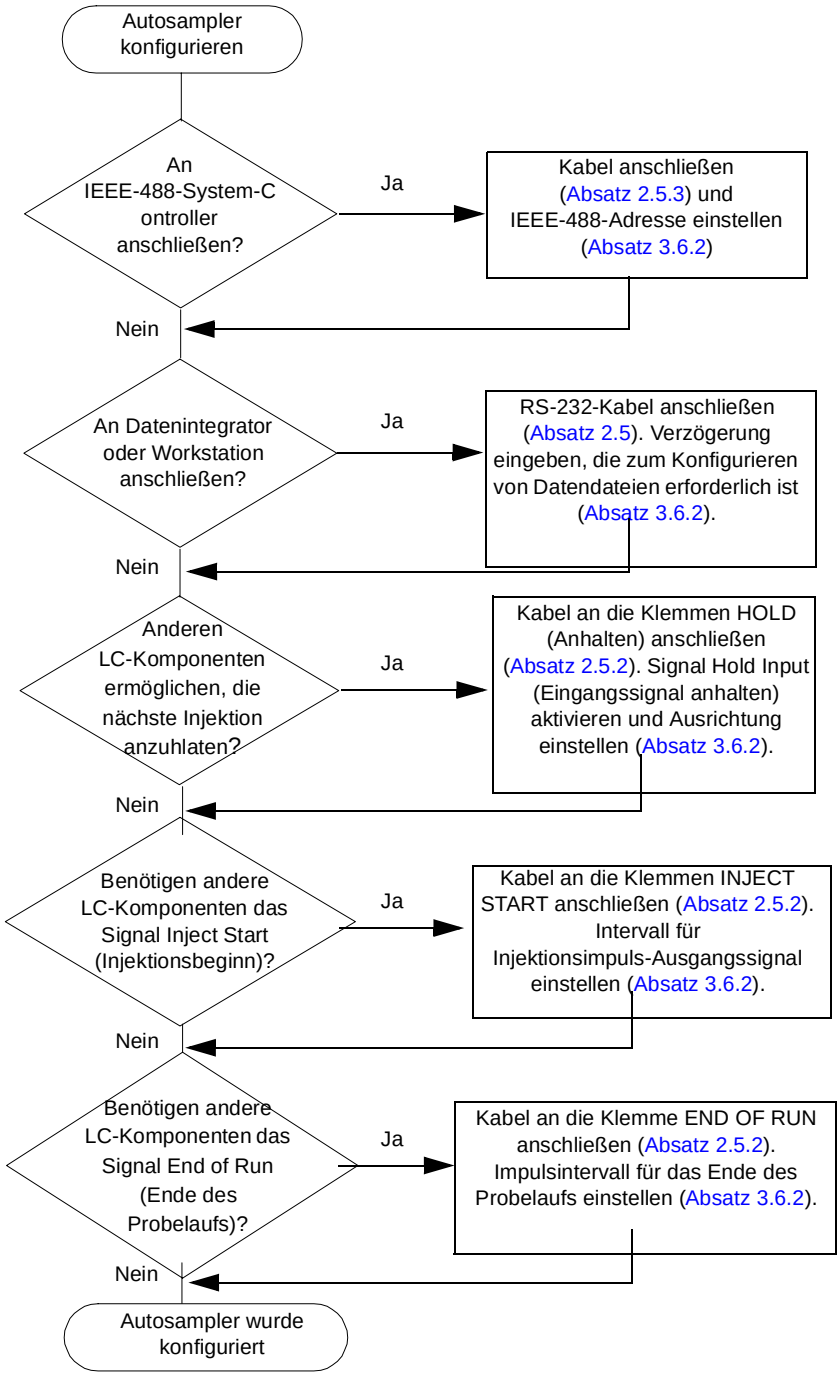

Autosampler konfigurieren
An IEEE-488-System-Controller anschließen?
Ja
Kabel anschließen (Absatz 2.5.3) und IEEE-488-Adresse einstellen (Absatz 3.6.2)
Nein
An Datenintegrator oder Workstation anschließen?
Ja
RS-232-Kabel anschließen (Absatz 2.5). Verzögerung eingeben, die zum Konfigurieren von Datendateien erforderlich ist (Absatz 3.6.2).
Nein
Anderen LC-Komponenten ermöglichen, die nächste Injektion anzuhalten?
Ja
Kabel an die Klemmen HOLD (Anhalten) anschließen (Absatz 2.5.2). Signal Hold Input (Eingangssignal anhalten) aktivieren und Ausrichtung einstellen (Absatz 3.6.2).
Nein
Benötigen andere LC-Komponenten das Signal Inject Start (Injektionsbeginn)?
Ja
Kabel an die Klemmen INJECT START anschließen (Absatz 2.5.2). Intervall für Injektionsimpuls-Ausgangssignal einstellen (Absatz 3.6.2).
Nein
Benötigen andere LC-Komponenten das Signal End of Run (Ende des Probelaufs)?
Ja
Kabel an die Klemme END OF RUN anschließen (Absatz 2.5.2). Impulsintervall für das Ende des Probelaufs einstellen (Absatz 3.6.2).
Nein
Autosampler wurde konfiguriert

Abbildung 3-9 Flussdiagramm der Autosampler Konfiguration

In Tabelle 3-1 sind die Konfigurationsparameter angegeben.

Tabelle 3-1 Konfigurationsparameter

Parameter	Konfigurationsseite	Beschreibung
Purge In Idle? (Im Leerlauf reinigen?)	1	Ermöglicht eine Reinigung alle 60 Minuten, während sich der 717plus Autosampler im Leerlauf befindet. Siehe Absatz 4.8.5, Verwendung der gepufferten mobilen Phase.
Vials Between Purges (Phiolen zwischen Reinigungen)	1	Ermöglicht eine automatische Reinigung während eines automatischen Probelaufs. Siehe Absatz 4.8.4, Reinigung während eines automatischen Probelaufs.
Halt Bad Comp Check? (Anhalten bei fehlgeschlagener Kompressionsüber-prüfung?)	1	Verhindert die nächste Injektion, wenn eine Kompressionsüberprüfung (automatische Reinigung) fehlschlägt. Siehe Absatz 4.8.4, Reinigung während eines automatischen Probelaufs.
Report Delay (Berichtsverzögerung)	1	Verzögert die nächste Injektion, damit ein Datenintegrator die Verarbeitung des vorhe-rigen Probelaufs abschließen kann. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.
Hold Input? (Eingangssignal anhalten?)	2	Ermöglicht anderen LC-Komponenten, den Injektor anzuhalten. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.
Hold Contact Sense? (Kontaktausrichtung beibehalten?)	2	Legt die Polarität des Empfangssignal an der Klemmenleiste fest. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.
Inject Start Pulse (Impuls für Injektionsbeginn)	2	Legt die Länge des Impulses fest, mit dem andere LC-Komponenten darauf hinge-wiesen werden, dass eine Injektion eingeleitet wurde. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.

Tabelle 3-1 Konfigurationsparameter (Fortsetzung)

Parameter	Konfigurationsseite	Beschreibung
Inject Stop Pulse (Impuls für Injektionsende)	2	Legt die Länge des Impulses fest, mit dem andere LC-Komponenten darauf hingewiesen werden, dass der Probelauf beendet wurde. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.
Temp Setpoint (Solltemperatur)	2	Stellt die Temperatur für den Probenraum der Heizung/Kühlung ein. Siehe Absatz 4.8.1, Temperaturregelung.
Temp Control? (Temperaturregelung?)	2	Ermöglicht die Temperaturregelung für Einheiten mit installierter Heizung/Kühlung. Siehe Absatz 4.8.1, Temperaturregelung.
Draw Rate (Ansauggeschwindigkeit)	3	Legt die Ansauggeschwindigkeit der Spritze fest. Siehe Absatz 4.8.3, Injektionen von viskosen Proben.
Syringe Volume? (Spritzenvolumen?)	3	Legt die Volumen entsprechend der installierten Spritzengröße fest. Siehe Absatz 4.8.2, Microbore- und semi-präparative Injektionen.
Loop Volume? (Schleifenvolumen?)	3	Legt die Volumen entsprechend der installierten Probenschleifengröße fest. Siehe Absatz 4.8.2, Microbore- und semi-präparative Injektionen.
Installed IEEE Address (Installierte IEEE-Adresse)	4	Zeigt die aktuelle Adresse an. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.
Desired IEEE Address (Gewünschte IEEE-Adresse)	4	Stellt die neue IEEE-Adresse ein. Siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb.

3.6.2 Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb

Zum Datenaustausch mit anderen LC-Systemkomponenten müssen Sie folgende Schritte ausführen:

- Einstellung des Parameters Report Delay (Berichtsverzögerung) für Datenintegratoren

- Einstellung der Signalparameter für Hold (Anhalten), Injection Start (Injektionsbeginn) und Injection Stop (Injektionsende) auf der Klemmenleiste
- Einstellung der IEEE-488-Adresse

Einstellung des Parameters Report Delay (Berichtsverzögerung)

Mit dem Parameter Report Delay (Berichtsverzögerung) wird dem Datenintegrator genügend Zeit zum Verarbeiten von Daten eines Probelaufs zur Verfügung gestellt, bevor eine neue Injektion beginnt.

Wenn ein Datenintegrator an das LC-System angeschlossen ist, stellen Sie die Verzögerung wie folgt ein:

1. Drücken Sie im 717plus Hauptmenü auf Config Page (Konfigurationsseite).
2. Markieren Sie auf der Seite Configuration Page 1 (Konfigurationsseite 1) das Feld Report Delay (Berichtsverzögerung) und geben Sie die Verzögerungszeit in Minuten ein (Abbildung 3-10).

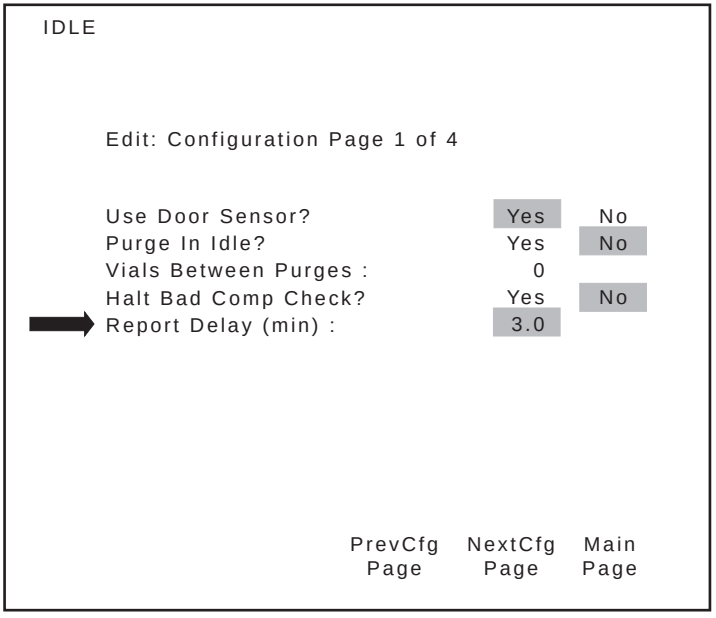


Abbildung 3-10 Einstellung des Parameters Report Delay (Berichtsverzögerung) für Integratoren

Einstellung von Signalparametern der Klemmenleiste

So stellen Sie die Kontaktschlussparameter für LC-Komponenten ein, die über die Klemmenleiste auf der Rückseite angeschlossen sind:

1. Drücken Sie im Hauptmenü auf **Config Page** (Konfigurationsseite).
2. Drücken Sie auf **NextCfg Page** (nächste Konfigurationsseite), um die Seite Configuration Page 2 (Konfigurationsseite 2) zu öffnen (Abbildung 3-11).

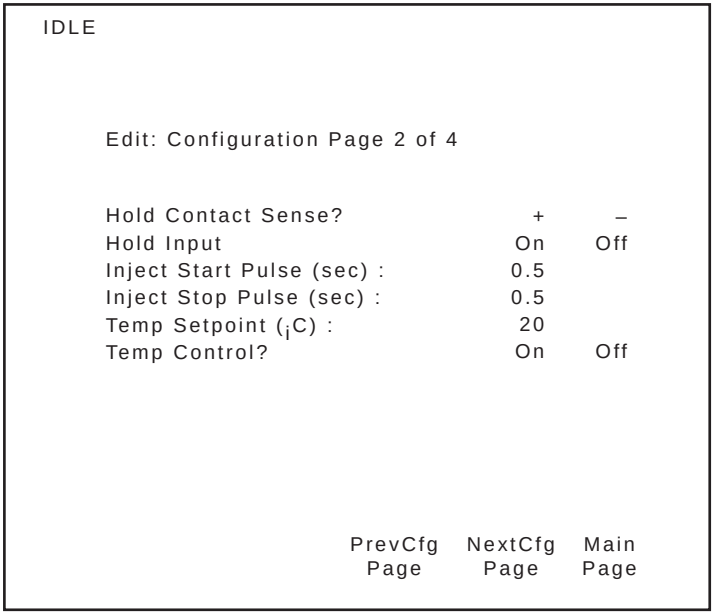


Abbildung 3-11 Einstellung von Signalparametern der Klemmenleiste

Hold Contact Sense und Hold Input (Kontaktausrichtung beibehalten und Eingangssignal anhalten)

3. Damit andere Instrumente eine Injektionssequenz anhalten können, müssen Sie folgende Schritte ausführen (Tabelle 3-2):

- Einstellung des Parameters Hold Contact Sense (Kontaktausrichtung beibehalten) auf die Polarität des eingehenden Signals Hold (Anhalten).

Tabelle 3-2 Logik für das Signal Hold (Anhalten)

Eingänge für das Signal Hold	Positive Ausrichtung	Negative Ausrichtung
LOW LOW	RUN	HOLD
LOW HIGH	HOLD	HOLD
HIGH LOW	HOLD	HOLD
HIGH HIGH	HOLD	RUN

- Einstellung des Parameters Hold Input (Eingangssignal anhalten) auf **On** (Ein).

Hinweis: *Für PowerLine Steuerungen stellen Sie den Parameter Hold Input auf* ***Off*** *(Aus).*

Inject Start Pulse (Impuls für Injektionsbeginn)

4. Die Standardimpulsdauer für den Injektionsbeginn beträgt 0,5 Sekunden. Ändern Sie die Impulsdauer, wenn das an den Autosampler angeschlossene Instrument eine andere Einstellung erfordert.

Inject Stop Pulse (Impuls für Injektionsende)

5. Die Standardimpulsdauer für dieses Signal beträgt 0,5 Sekunden. Ändern Sie die Impulsdauer, wenn das an den Autosampler angeschlossene Instrument eine andere Einstellung erfordert.

Einstellung der IEEE-488-Adresse

Wenn Sie gewährleisten möchten, dass der Autosampler als Teil eines IEEE-488-Netzwerks korrekt identifiziert wird, überprüfen Sie, ob die Adresse eine eindeutige Zahl zwischen 2 und 29 aufweist. Standardmäßig ist die IEEE-488-Adresse auf 30 eingestellt.

Hinweis: *Wenn Sie den Waters 717plus Autosampler in einem IEEE-488-Netzwerk verwenden möchten, müssen Sie die Adresse ändern.*

So ändern Sie die Adresse:

1. Drücken Sie im 717plus Hauptmenü auf **Config Page** (Konfigurationsseite).

2. Drücken Sie in der Seite Configuration Page 1 (Konfigurationsseite 1) dreimal auf **NextCfg Page** (nächste Konfigurationsseite), um zur vierten Konfigurationsseite zu wechseln.
3. Markieren Sie in der Seite Configuration Page 4 (Konfigurationsseite 4) das Feld Desired IEEE Address (gewünschte IEEE-Adresse), geben Sie die neue Adresse ein und drücken Sie auf **Enter** (Abbildung 3-12).

   Hinweis: *Es muss sich um eine für das System eindeutige Adresse mit einer Zahl zwischen 2 und 29 handeln.*

4. Drücken Sie auf **Reboot System** (System neu starten), um die neue Adresse zu konfigurieren und zu speichern.

   Hinweis: *Wenn der System-Controller eingeschaltet wird, führen Sie einen erneuten Scan des Systems durch, um die neue 717plus Autosampler Adresse anzuzeigen. Weitere Informationen hierzu finden Sie in der Bedienungsanleitung des System-Controllers.*

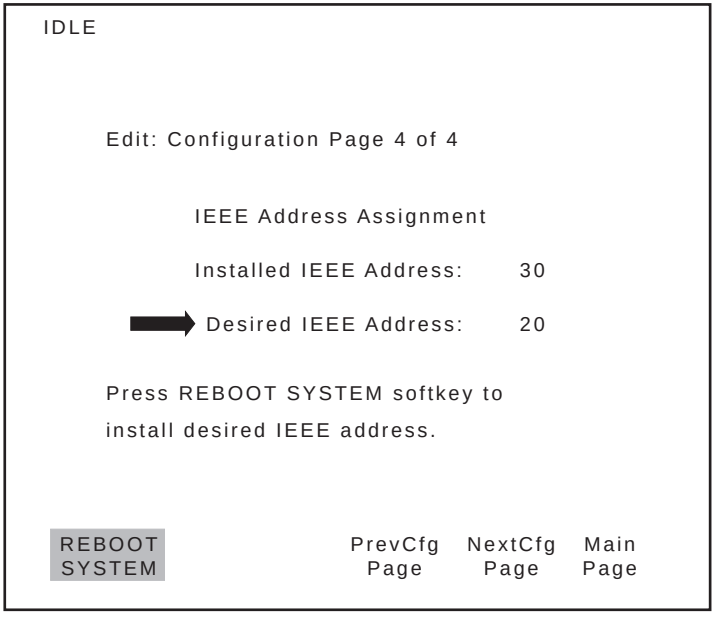


Abbildung 3-12 Einstellung der IEEE-488-Adresse

3.6.3 Eingabe von Hardwareänderungen

Damit sich der Autosampler an die Änderungen der Hardwarekonfiguration anpassen kann (Spritzen- und Probenschleifengröße), müssen Sie die Änderungen in der Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3) vornehmen (Abbildung 3-13).

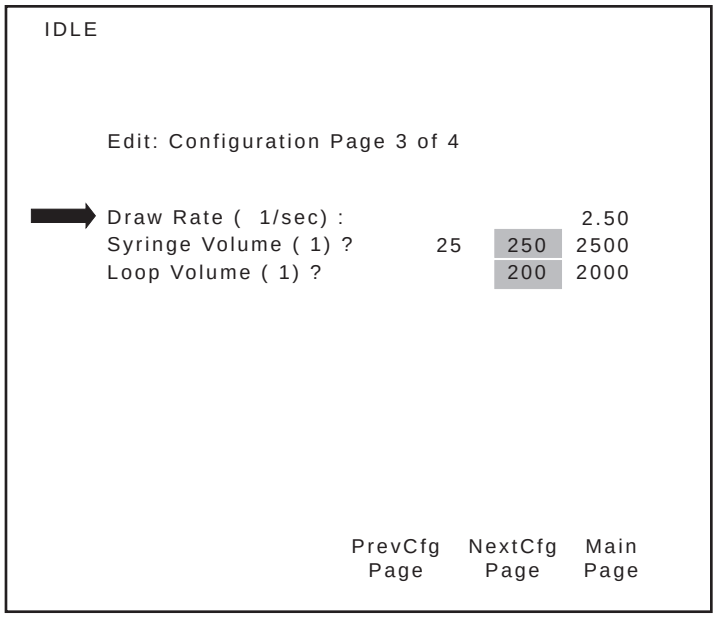

IDLE
Edit: Configuration Page 3 of 4
Draw Rate (1/sec) : 2.50
Syringe Volume (1) ? 25 250 2500
Loop Volume (1) ? 200 2000
PrevCfg Page
NextCfg Page
Main Page

Abbildung 3-13 Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3)

Eingabe der Spritzengröße

So speichern Sie eine Änderung der Spritzengröße:

1. Drücken Sie im 717plus Hauptmenü auf **Config Page** (Konfigurationsseite).
2. Drücken Sie zweimal auf **Next Page** (nächste Seite), um die Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3) zu öffnen.
3. Wählen Sie das geeignete Spritzenvolumen aus und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste).

   Der Autosampler aktualisiert automatisch die Ansauggeschwindigkeit, um den Änderungen des Spritzenvolumens gerecht zu werden. Wenn Sie eine andere Ansauggeschwindigkeit benötigen, ändern Sie diese in der dritten Konfigurationsseite (Absatz 4.8.3, Injektionen von viskosen Proben).

Eingabe der Probenschleifengröße

So speichern Sie eine Änderung der Probenschleifengröße:

1. Drücken Sie im Hauptmenü auf **Config Page** (Konfigurationsseite).
2. Drücken Sie zweimal auf **Next Page** (nächste Seite), um die Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3) zu öffnen.
3. Wählen Sie das entsprechende Probenschleifenvolumen aus und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste).

3.7 Systemüberprüfung

Überprüfen Sie das System in den folgenden Fällen:

- Nach der Installation
- Täglich zum Testen der Autosampler Probenschleife

So überprüfen Sie das System:

1. Verwenden Sie eine entgaste Lösung von 100 prozentigem Methanol und stellen Sie die Lösungsmittelzuführungspumpe auf 1 mL/min ein.

   Hinweis: *Zur täglichen Überprüfung verwenden Sie die von Ihnen üblich ausgeführte mobile Phase.*

2. Drücken Sie im 717plus Hauptmenü auf **Edit Purge** (Reinigung bearbeiten) (Abbildung 3-14).

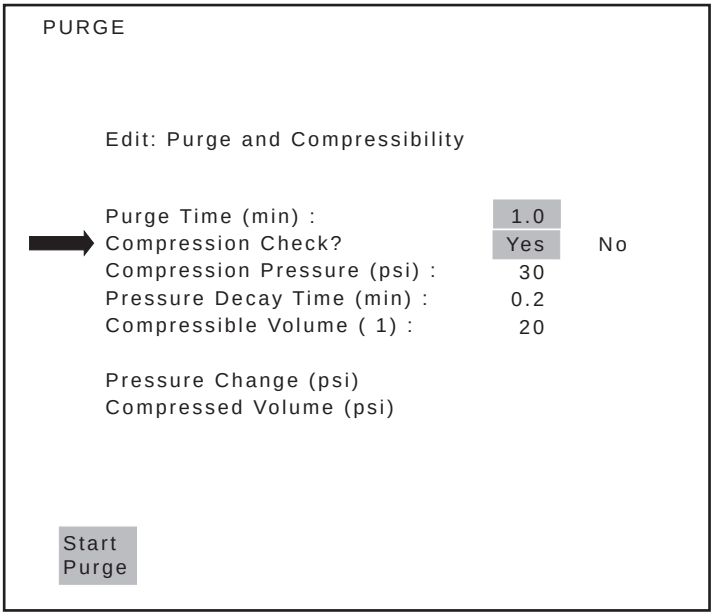


Abbildung 3-14 Menü Purge (Reinigung)

3. Stellen Sie die Funktion Compression Check (Kompressionsüberprüfung) auf **Yes** (Ja) ein und drücken Sie auf **Enter**.
4. Drücken Sie dann auf **Start Purge** (Reinigung starten).
5. Notieren Sie die Druckänderung und das komprimierte Volumen. Ziehen Sie diese Werte als Grundlage zur Bewertung der Entgasung der mobilen Phase und der Probenschleifenintegrität heran.
6. Wenn die Kompression das standardmäßige kompressierbare Volumen überschreitet, entgasen Sie die mobile Phase und führen Sie die Kompressionsüberprüfung erneut aus.
7. Wenn die Kompressionsüberprüfung weiterhin fehlschlägt, führen Sie einen Undichtigkeitstest aus (Absatz 1.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen).

3.8 Ausschalten und Lagerung

Wenn die mobile Phase Puffer enthält, entfernen Sie diese vor dem Ausschalten und Lagern.

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Entfernung der gepufferten mobilen Phase
- Ausschalten des 717plus Autosamplers
- Langfristige Lagerung

3.8.1 Entfernung der gepufferten mobilen Phase

Entfernen Sie die mobile Phase mit den Puffersalzen, wie im Folgenden beschrieben:

1. Ersetzen Sie die gepufferte mobile Phase mit einer Lösung aus 100 % Wasser und spülen Sie das Probennahmesystem für 10 Minuten mit einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL/min.
2. Führen Sie drei Reinigungen aus, um zu gewährleisten, dass die Spritze sorgfältig gereinigt wurde (Absatz 3.4.1, Reinigung des Autosamplers).
3. Ersetzen Sie das Nadelspüllösungsmittel mit 90 % Methanol und 10 % Wasser und entlüften Sie die Nadelspülpumpe (Absatz 3.5, Entlüftung der Nadelspülpumpe).
4. Ersetzen Sie das Wasser mit einer Lösung aus 90 % Methanol und 10 % Wasser. Spülen Sie das Probennahmesystem für 3 Minuten mit einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL/min.
5. Reinigen Sie den Autosampler.

3.8.2 Ausschalten

In diesem Abschnitt werden die auszuführenden Schritte beschrieben, wenn der Waters 717plus Autosampler für 1 bis 14 Tage ausgeschaltet wird.

1. Wenn es sich bei der aktuellen mobilen Phase um Wasser handelt, ersetzen Sie diese mit einer Lösung aus 90 % Methanol und 10 % Wasser. Spülen Sie das Probennahmesystem für 3 Minuten mit einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL/min.
2. Reinigen Sie den Autosampler (Absatz 3.4.1, Reinigung des Autosamplers).
3. Drücken Sie auf **1/0** (Ein/Aus), um den Autosampler auszuschalten.

3.8.3 Lagerung

In diesem Abschnitt werden die Schritte zur langfristigen Lagerung des Waters 717plus Autosamplers beschrieben.

Gehen Sie wie folgt vor, wenn der Autosampler für mehr als zwei Wochen nicht verwendet wird:

1. Entfernen Sie die gepufferten mobilen Phasen (siehe Absatz 3.8.1, Entfernung der gepufferten mobilen Phase).
2. Schalten Sie den Autosampler aus (siehe Absatz 3.8.2, Ausschalten).
3. Nehmen Sie die Abfallleitungen und die Nadelspülleitung aus den Behältern heraus.
4. Ziehen Sie die rote und blaue Leitung heraus.
5. Ziehen Sie das Stromkabel heraus.

Kapitel 4
Betrieb des Autosamplers

In diesem Kapitel wird der Betrieb des 717plus Autosamplers beschrieben. Hier werden die Schritte zum Vorbereiten und Laden von Proben, zum Programmieren und Verwenden der automatischen Funktionen sowie zum Durchführen eines statischen Probelaufs erläutert.

4.1 Übersicht über den Betrieb

Abbildung 4-1 bietet eine Übersicht zur automatischen Probennahme.

Hinweis: *Wenn der 717plus Autosampler als Teil eines IEEE-488-Netzwerks verwendet wird, schalten Sie ihn ein, bevor Sie den System-Controller einschalten.*

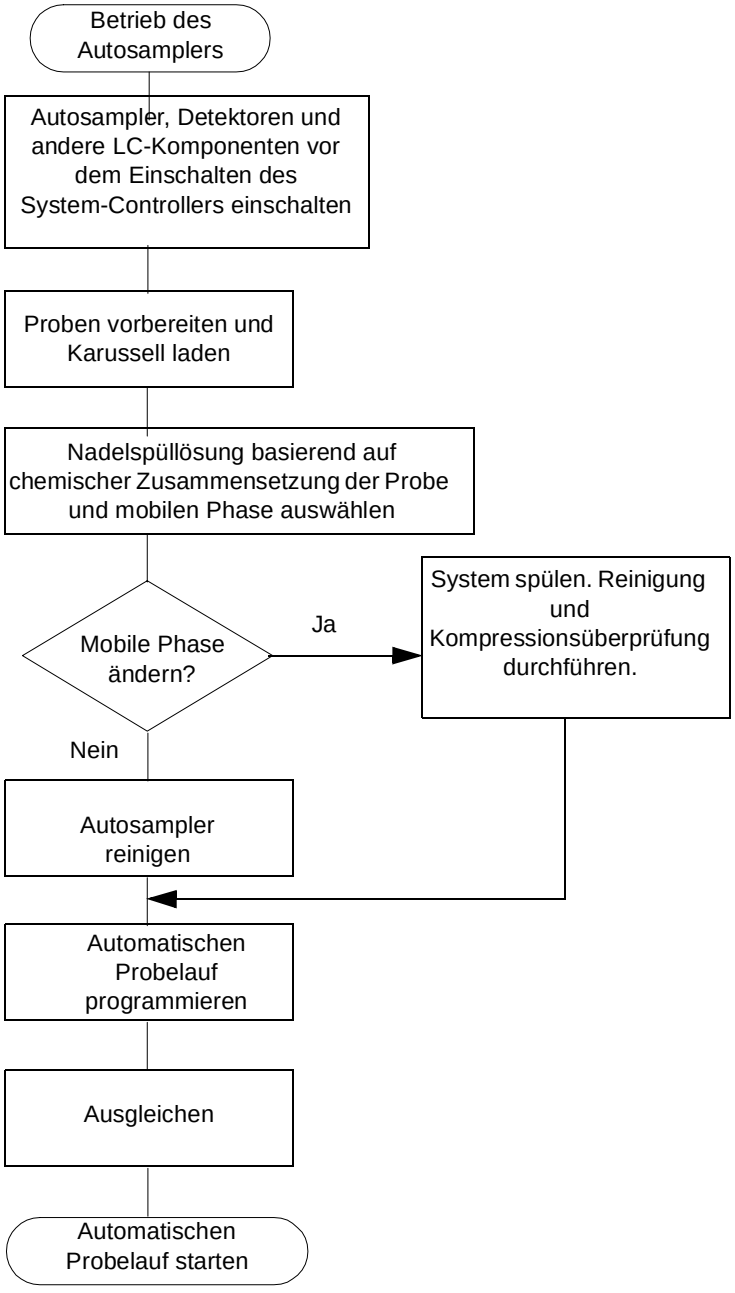

Betrieb des Autosamplers
Autosampler, Detektoren und andere LC-Komponenten vor dem Einschalten des System-Controllers einschalten
Proben vorbereiten und Karussell laden
Nadelspüllösung basierend auf chemischer Zusammensetzung der Probe und mobilen Phase auswählen
Mobile Phase ändern?
Ja
System spülen. Reinigung und Kompressionsüberprüfung durchführen.
Nein
Autosampler reinigen
Automatischen Probelauf programmieren
Ausgleichen
Automatischen Probelauf starten

Abbildung 4-1 Übersicht über die Vorgänge

4.2 Vorbereitung der Proben

Zum Vorbereiten und Laden der Proben in den Autosampler müssen Sie die folgenden Schritte ausführen:

- Vorbereitung der Probe
- Auswahl und Füllen einer Probenphiole

4.2.1 Vorbereitung der Proben

Eine minimale Probenvorbereitung besteht darin, die Probe folgendermaßen aufzulösen:

- In einem Lösungsmittel, das mit der chemischen Zusammensetzung der mobilen Phase und der Säule kompatibel ist
- Bei einer Konzentration, die eine Erkennung des Analyts ermöglicht
- In einer Lösung, die partikelfrei und homogen ist

In Abbildung 4-2 werden die einzelnen Schritte zum Vorbereiten von Proben dargestellt.

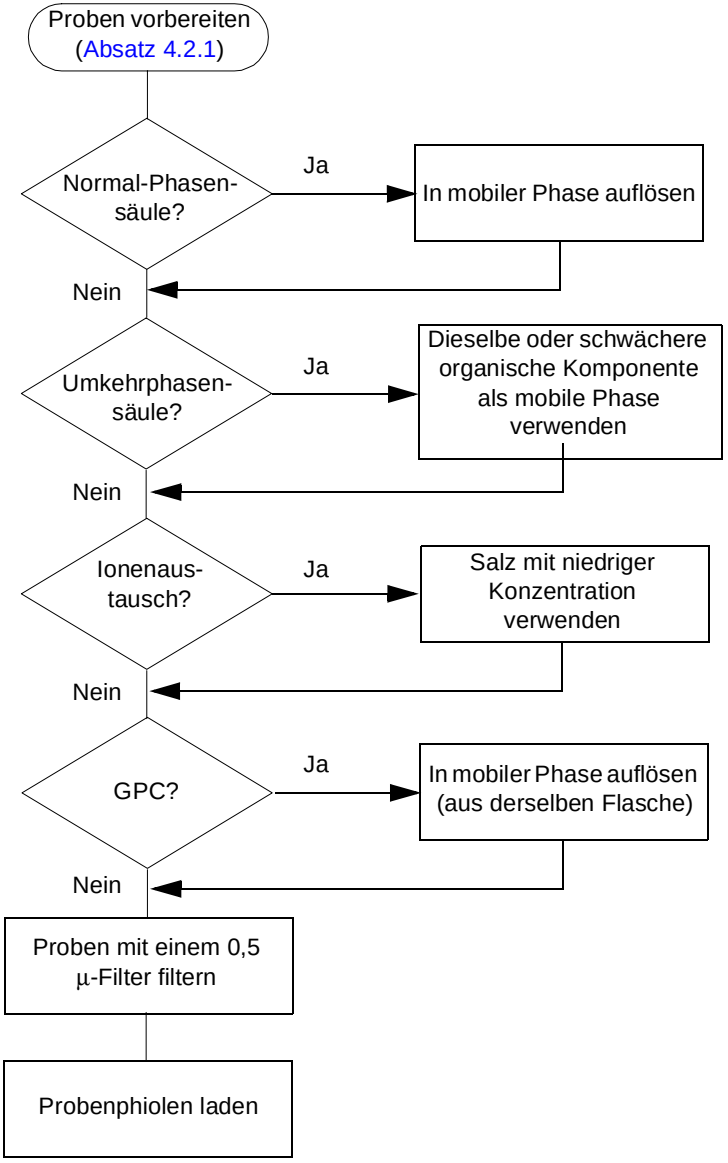


Abbildung 4-2 Vorbereitung der Proben

Auswahl von Lösungsmitteln

Hinweis: *Verhindern Sie die Ablagerung der gepufferten Salze oder der Probe, indem Sie die Lösungsmittelkonzentration und den pH-Wert genau beachten. Wenn möglich, verwenden Sie die mobile Phase als das Lösungsmittel zum Auflösen der Proben.*

Beachten Sie bei der Auswahl von Probenlösungsmitteln die folgenden Richtlinien:

- **Normal-Phasen-Säule**: Verwenden Sie dasselbe Lösungsmittel, das Sie auch für die mobile Phase verwenden.
- **Umkehrphasen-Säule**: Verwenden Sie dieselbe oder eine schwächere Konzentration der organischen Komponente der mobilen Phase.
- **Ionenaustausch**: Verwenden Sie ein Salz mit niedriger Konzentration.
- **GPC**: Lösen Sie die Proben in der mobile Phase auf (vorzugsweise aus derselben Flasche).

Filterung von Proben

Wenn nicht durch die chemische Zusammensetzung der Probe eingeschränkt, filtern Sie die vorbereiteten Proben, bevor Sie sie in die Probenphiolen legen. Die Verwendung eines 0,5 µ-Filters, wie der Millipore Millex™ Filtereinheit, verhindert die Ansammlung von Partikeln in internen Filtern oder auf dem Säuleneinlassfitting, was zu einer Erhöhung des Gegendrucks führen könnte.

4.2.2 Auswahl der Probenphiolen

Der Waters 717plus Autosampler ist mit der vollständigen Produktlinie der Waters Chromatographie-Probenphiolen kompatibel.

STOP ***Achtung:*** *Verwenden Sie ausschließlich Probenphiolen und Zubehörteile von Waters. Die Verwendung von Probenphiolen, Einsätzen mit niedrigem Volumen oder Septumverschlüssen, die nicht von Waters stammen, können zur Beschädigung der Nadel führen.*

Auswahl der Probenphiolen

Wählen Sie eine Probenphiole basierend auf den folgenden Kriterien:

- Chemische Zusammensetzung der Probe
- Volumen der Probe
- Volumen der Injektion
- Anzahl der Injektionen
- Flüchtigkeit der Probe

Weitere Informationen zu Probenphiolen finden Sie unter Anhang D, Auswahl von Probenphiolen.

Zusammenbau der Probenphiolen

Setzen Sie die Probenphiolen zusammen, wie in Abbildung 4-3 dargestellt.

Achtung: *Ziehen Sie die Kappe mit einem selbstabdichtendem Septumverschluss nicht zu fest an. Wenn die Kappe zu fest angezogen wird (der Septumverschluss kräuselt), sitzt sie unter Umständen nicht richtig. Die Verwendung von selbstabdichtenden Septumverschlüssen führt möglicherweise bei mehreren Injektionen zu unterschiedlichen Injektorvolumen aufgrund von Vakuumbildung.*

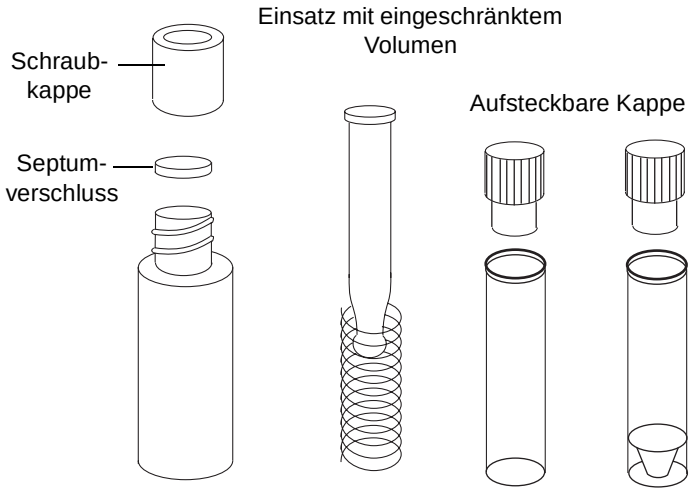


Abbildung 4-3 Zusammenbau der Probenphiole

4.3 Auswahl des Nadelspüllösungsmittels

Durch die Nadelspülung kann eine Kreuzkontamination von Proben verhindert werden, indem die Nadel mit porösen, feuchten Fritten abgestreift wird. Wählen Sie ein Nadelspüllösungsmittel basierend auf der chemischen Zusammensetzung der Probe und der mobilen Phase. In Tabelle 4-4 werden einige empfohlene Nadelspüllösungsmittel aufgelistet. Proben mit höheren Konzentrationen erfordern möglicherweise stärkere Nadelspüllösungsmittel.

Achtung: *Verwenden Sie keine Puffer im Nadelspüllösungsmittel. Puffer verringern die Lebensdauer der Dichtung.*

Abbildung 4-4 Empfohlene Nadelspüllösungsmittel

Mobile Phase	Nadelspüllösungsmittel
Gepuffert wasserhaltig, Umkehrphase	50 % H_2O, 50 % MeOH
Nicht wasserhaltig, Umkehrphase	100 % MeOH
Normalphase	Mobile Phase
GPC	Mobile Phase
Ionenaustausch	Ionenpaar-Reagenzmittel in H_2O

So führen Sie eine Nadelspülung durch:

1. Wählen Sie das Nadelspüllösungsmittel basierend auf der chemischen Zusammensetzung der mobilen Phase.
2. Führen Sie die grüne Leitung in den Behälter mit dem Nadelspüllösungsmittel und stellen Sie ihn auf gleicher Höhe mit dem Autosampler ab (Abbildung 4-5).

   Hinweis: *Um ein Absaugen zu vermeiden, stellen Sie den Behälter mit dem Nadelspüllösungsmittel auf Tischhöhe ab.*

   Wenn Sie das Nadelspüllösungsmittel für einen längeren Zeitraum lagern, ersetzen Sie es mit einem empfohlenen Lösungsmittel, das für die Lagerung geeignet ist (siehe Absatz 3.8, Ausschalten und Lagerung).

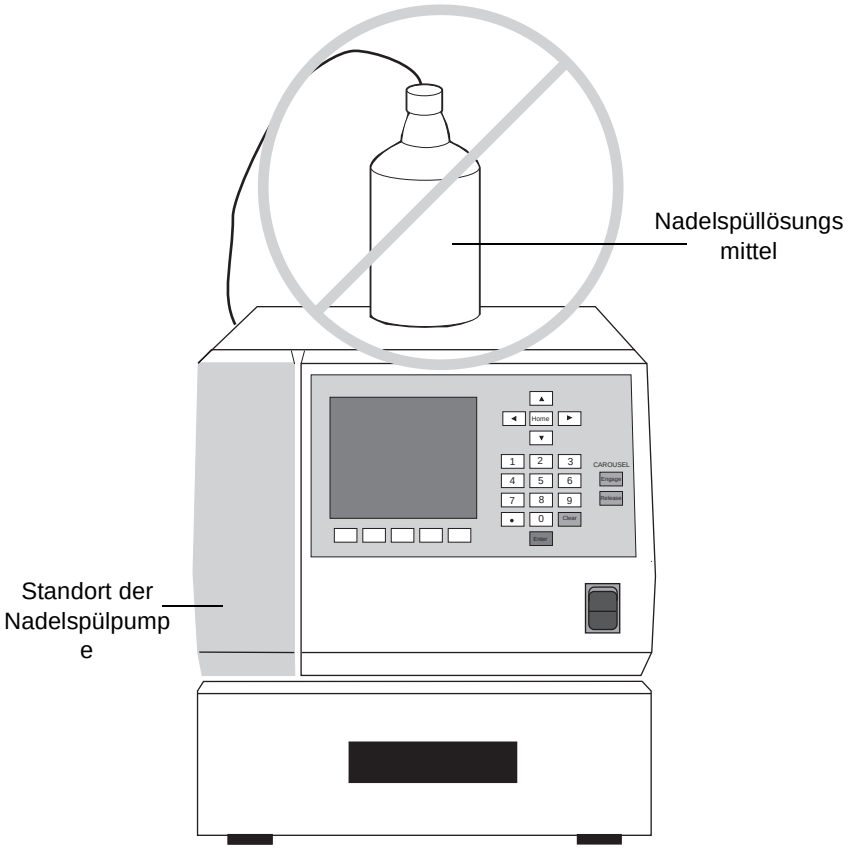


Abbildung 4-5 Ungeeigneter Standort für den Behälter des Nadelspüllösungsmittels

3. Schalten Sie den 717plus Autosampler ein und entlüften Sie die Nadelspülpumpe (siehe Absatz 3.5, Entlüftung der Nadelspülpumpe).

4.4 Ladung des Karussells

Achtung: *Verwenden Sie nur die grauen Karussells von Waters. Der Waters 717plus Autosampler kann nicht mit den weißen oder braunen WISP™ Karussells betrieben werden.*

So laden Sie das Karussell:

1. Wenn der Autosampler eingeschaltet ist, öffnen Sie die Probenraumklappe. Wenn der Klappensensor aktiviert ist (Standardbedingung), gibt der Autosampler das Karussell frei.

   Hinweis: *Die Karussellfreigabe ist deaktiviert, wenn der Autosampler eine Reinigung oder eine Vorinjektionssequenz durchführt.*

2. Vor dem Laden der Probenphiolen in das Karussell stellen Sie sicher, dass es sauber ist und die oberen Öffnungen nicht blockiert sind.
3. Stellen Sie die Probenphiolen in das Karussell und notieren Sie die Position. Die Phiolennummer ist am Rand des Karussells angebracht.

   Achtung: *Die Verwendung von Probenphiolen, Einsätzen mit niedrigem Volumen oder Septumverschlüssen, die nicht von Waters stammen, können zur Beschädigung der Nadel führen.*

4. Schieben Sie das Karussell in den Probenraum, bis es die zwei Positionsanschläge auf der Grundplatte berührt (Abbildung 4-6).

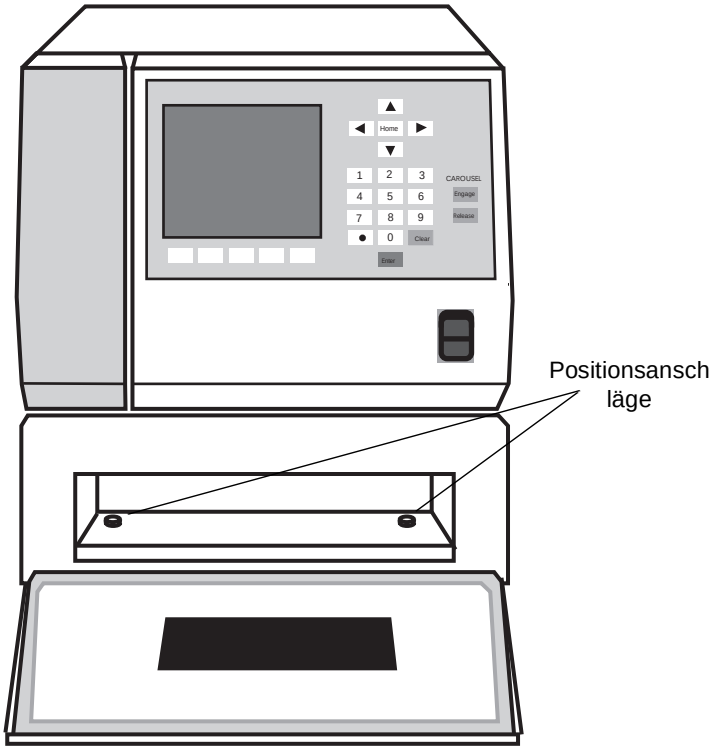


Abbildung 4-6 Einführung des Karussells

5. Schließen Sie die Probenraumklappe. Das Karussell befindet sich nun im Autosampler.

4.5 Gewährleistung der Reproduzierbarkeit

In diesem Abschnitt sind folgende Themen enthalten:

- Übersicht über die Reproduzierbarkeit
- Reinigung des Autosamplers
- Durchführung von Kompressionsüberprüfungen

4.5.1 Übersicht über die Reproduzierbarkeit

Die Reproduzierbarkeit hängt von folgenden Faktoren ab:

- Reinheit der mobilen Phase im Autosampler
- Komprimierbarkeit der mobilen Phase aufgrund des aufgelösten Gases
- Integrität der Probenschleife des Auto-Injektors

Gewährleistung der Reproduzierbarkeit

1. Führen Sie eine Reinigung und eine Kompressionsüberprüfung in folgenden Fällen durch:
   - Sie möchten die mobile Phase entfernen, die sich während des Ausschaltens im System befand.
   - Sie überprüfen das System täglich auf Luft- oder Lösungsmittelundichtigkeiten.
   - Sie möchten die vorherige mobile Phase durch eine neue ersetzen.
   - Sie möchten die Komprimierbarkeit für eine neue mobile Phase feststellen.
2. Führen Sie eine Reinigung und eine Kompressionsüberprüfung der entgasten mobilen Phase durch (siehe Absatz 4.5.3, Durchführung einer Kompressionsüberprüfung).
3. Wenn die Kompressionsüberprüfung für die mobile Phase fehlschlägt, entgasen Sie das Lösungsmittel (siehe Anhang C, Reproduzierbarkeit und Entgasung von Lösungsmitteln).
4. Wenn die Kompressionsüberprüfung für die entgaste mobile Phase erneut fehlschlägt, führen Sie einen Test auf undichte Stellen durch (siehe Absatz 1.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen), um die Integrität der Probenschleife zu überprüfen.

4.5.2 Durchführung von Reinigungen

Führen Sie eine Reinigung von der Seite Purge and Compressibility Page (Reinigung und Komprimierbarkeit) aus.

Reinigung des Autosamplers

Zur Durchführung einer Reinigung mithilfe der Standardwerte drücken Sie die im Folgenden dargestellten Tasten des Waters 717plus Autosamplers (Abbildung 4-7).

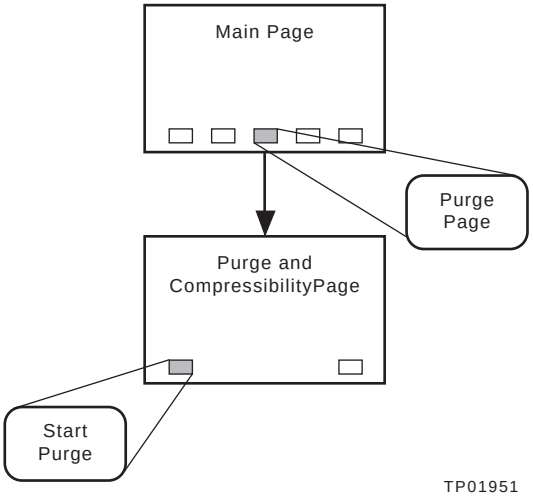


Abbildung 4-7 Reinigung des Autosamplers

Änderung des Parameters Purge Time (Reinigungszeit)

Ändern Sie den Parameter Purge Time (Reinigungszeit) in den folgenden Fällen:

- Die Fließgeschwindigkeiten des Systems liegen unter 1 mL/min.
- Die zusätzliche Probenschleife wird installiert.

Die Einstellung der Reinigungszeit hängt von den folgenden Faktoren ab:

- Fließgeschwindigkeit der mobilen Phase
- Größe der Probenschleife

So ändern Sie den Parameter Purge Time (Reinigungszeit):

1. Drücken Sie im 717plus Hauptmenü auf **Purge Page** (Seite für Reinigung), um die Seite Purge and Compressibility Page (Reinigung und Komprimierbarkeit) anzuzeigen (Abbildung 4-8).

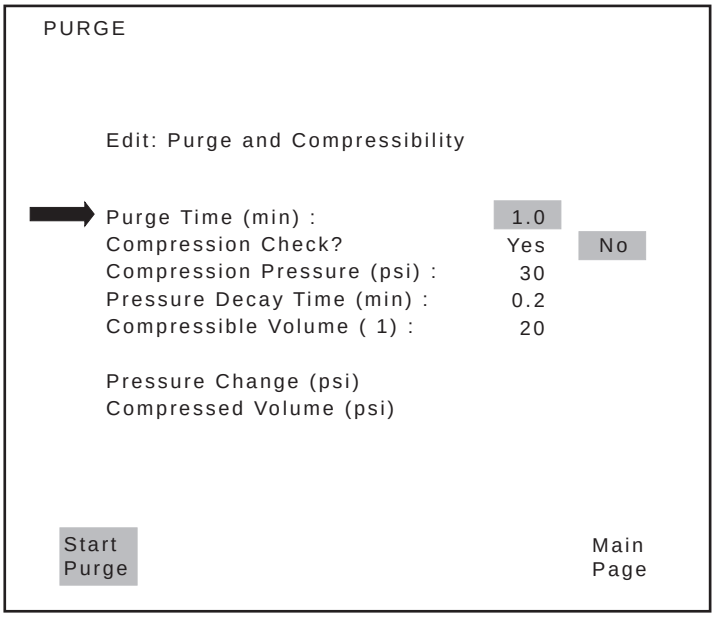


Abbildung 4-8 Purge and Compressibility Page (Seite für Reinigung und Komprimierbarkeit)

2. Berechnen Sie die Reinigungszeit basierend auf der Fließgeschwindigkeit und der Probenschleifengröße. Die Zeit muss ausreichend sein, um drei Volumenänderungen des Autosamplers zu ermöglichen. Das Autosampler Volumen in Tabelle 4-1 berücksichtigt die Einlass- und Auslassleitungen.

Tabelle 4-1 Autosampler Volumen

Probenschleife	**Autosampler Volumen**
Normal (200 µL)	836 µL
Zusätzlich (2,4 mL)	3236 µL

In Tabelle 4-2 sind die Reinigungszeiten der Probe für die zwei Probenschleifen bei ausgewählten Fließgeschwindigkeiten angegeben.

Tabelle 4-2 Beispiele für die Reinigungszeit

Proben-schleife	**Fließgeschwindigkeit (mL/min)**	**Reinigungszeit (min)**
Normal	0.2	12.5

Tabelle 4-2 Beispiele für die Reinigungszeit (Fortsetzung)

Proben-schleife	Fließgeschwindigkeit (mL/min)	Reinigungszeit (min)
	0.5	5.0
	>1	2.5
Zusätzlich	0.5	19.4
	1	9.7
	2	4.8

4.5.3 Durchführung einer Kompressionsüberprüfung

Durch die Kompressionsüberprüfung wird festgestellt, ob sich Gas in der mobilen Phase befindet. Wenn sie aktiviert ist, wird sie sofort nach einer Reinigung eingeleitet. Verwenden Sie die Standardparameter für die meisten mobilen Phasen.

Hinweis: *Die Kompressionsüberprüfung ist nur bei Verwendung der standardmäßigen 250 µL-Spritze und 200 µL-Probenschleife gültig.*

Ändern Sie die Standardparameter für Compression Check (Kompressionsüberprüfung) in den folgenden Fällen:

- Die mobile Phase ist äußerst komprimierbar (siehe Anhang C, Reproduzierbarkeit und Entgasung von Lösungsmitteln).
- Durchführung eines Tests auf undichte Stellen (siehe Absatz 1.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen).

Kompressionsparameter

Wenn die Kompressionsüberprüfung aktiviert ist, wird sie unmittelbar nach einer Reinigung ausgeführt. Hierzu gehören die folgenden Parameter:

- Compression Pressure (Kompressionsdruck)
- Pressure Decay Time (Druckabfallzeit)
- Compressible Volume (komprimierbares Volumen)

Compression Pressure (Kompressionsdruck)

Verwenden Sie 30 psi zum Prüfen der Komprimierbarkeit der mobilen Phase. Verwenden Sie den Höchstdruck zum Prüfen auf undichte Stellen.

Bereich	30 bis 350 psi
Standard	30

Pressure Decay Time (Druckabfallzeit)

Stellen Sie die Zeitspanne ein, die das System anhalten soll, bevor die mobile Phase in der Probenschleife erneut komprimiert wird. Der Standardwert ist für die meisten Anwendungen ausreichend. Je länger die Abfallzeit, desto aussagekräftiger der Test.

Bereich	0,0 bis 3,0 min
Standard	0,2 min

Compressible Volume (komprimierbares Volumen)

Der Standardwert ist für die meisten Anwendungen ausreichend. Änderungen der Kompressionsgrenze hängen von dem für die mobile Phase verwendeten Lösungsmittel ab. Wenn die mobile Phase äußerst komprimierbar ist, erhöhen Sie die Kompressionsgrenze (siehe Anhang C, Reproduzierbarkeit und Entgasung von Lösungsmitteln).

Bereich	5 bis 30 µL
Standard	20 µL

Durchführung einer Kompressionsüberprüfung

Zum Durchführen einer Kompressionsüberprüfung drücken Sie die in Abbildung 4-9 angegebenen Tasten:

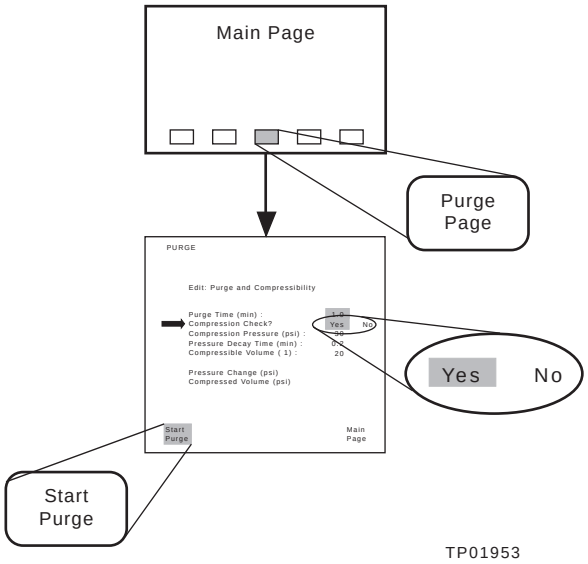


Abbildung 4-9 Ausführung eines Komprimierbarkeitstests

- Wenn die Kompressionsgrenze überschritten wird, wird die folgende Meldung angezeigt:

  `Compressibility check failed (Komprimierbarkeitstest fehlgeschlagen)`

- Wenn die Kompressionsüberprüfung fehlschlägt, finden Sie weitere Informationen zu Tests unter Absatz 4.1, Übersicht über den Betrieb.

4.6 Ausführung der automatischen Probennahme

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Programmierung eines automatischen Probelaufs
- Programmierung von Schrittfunktionen
- Verwendung der Funktion Auto Standards (automatische Standards)
- Verwendung der Funktion Auto Addition (automatische Addition)
- Verwendung der Funktion Auto Transfer (automatische Übergabe)
- Programmierung des Ereignisausgangssignals

- Starten und Stoppen eines automatischen Probelaufs
- Überwachung des Status eines automatischen Probelaufs

Funktionen des Modus Auto Run (automatischer Probelauf)

Verwenden Sie den Modus Auto Run (automatischer Probelauf) zum Programmieren, Ausführen und Überwachen von Probeninjektionen. Dieser Modus verfügt über folgende Funktionen:

- **Programmierung von Multi-Methoden**: Sie können bis zu 96 verschiedene Schritte (Methoden) programmieren. Jeder Schritt kann verschiedene Anzahlen von Injektionen, Volumen, Laufzeiten und optionale Funktionen enthalten.
- **Bedienerunabhängiger Betrieb**: Diese Funktion verfügt über Ausgangssignale zum Starten und Stoppen von Injektionen für die Steuerung von externen Geräten.
- **Programmierbares Ausgangssignal**: Mit diesem Signal kann der 717plus Autosampler externe Geräte während eines Probelaufs steuern.
- **Funktionen Auto Standards, Auto Addition und Auto Transfer**: Diese Funktionen ermöglichen die automatische Ausführung für Standards, die Addition von Proben vor der Injektion sowie die automatische Übergabe und Mischung vor der Injektion.

Übersicht über die Programmierung

Abbildung 4-10 bietet eine Übersicht über die Schritte zum Programmieren und Ausführen eines automatischen Probelaufs.

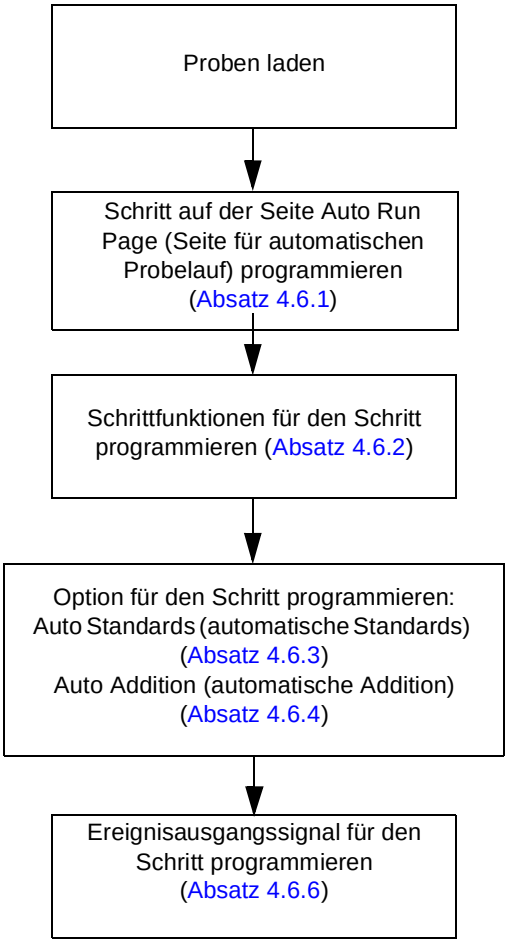

Proben laden
Schritt auf der Seite Auto Run Page (Seite für automatischen Probelauf) programmieren (Absatz 4.6.1)
Schrittfunktionen für den Schritt programmieren (Absatz 4.6.2)
Option für den Schritt programmieren:
Auto Standards (automatische Standards) (Absatz 4.6.3)
Auto Addition (automatische Addition) (Absatz 4.6.4)
Ereignisausgangssignal für den Schritt programmieren (Absatz 4.6.6)

Abbildung 4-10 Übersicht über die Programmierung

4.6.1 Programmierung eines automatischen Probelaufs

Programmieren und starten Sie einen automatischen Probelauf in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) (Abbildung 4-11).

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Verwendung der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf)
- Eingabe der Schrittparameter

4.6.1.1 Verwendung der Anzeige Auto Run

Öffnen Sie die Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf), indem Sie im Hauptmenü auf die Taste **Auto Page** (Seite für automatischen Probelauf) drücken. In dieser Anzeige (Abbildung 4-11) können Sie bis zu 96 Schritte programmieren.

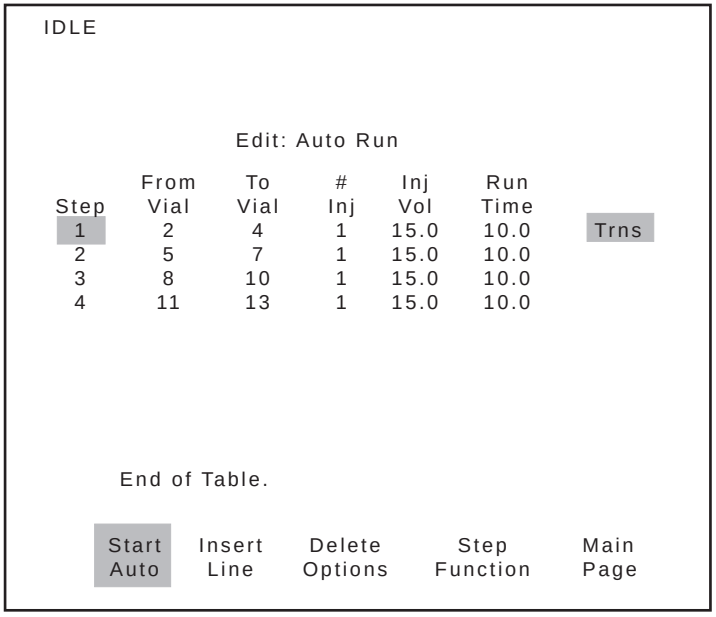


Abbildung 4-11 Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf)

Navigation durch die Tabelle

Zum Navigieren durch die Tabelle können Sie Folgendes ausführen:

Tastendruck:	**Aktion:**
Taste Home (Pos 1) einmal	Bewegt den Cursor oben auf die Seite
Taste Home (Pos 1) zweimal	Bewegt den Cursor auf Schritt 1
Pfeiltasten	Bewegen den Cursor zwischen den Zeilen nach oben und nach unten sowie zwischen den Parametern

Eingabe:	**Aktion:**
Schrittzahl	Wechselt zum entsprechenden Schritt

Eingabe:	Aktion:
96 als Schrittzahl	Bewegt den Cursor zum letzten Schritt (unabhängig davon, ob 96 Schritte programmiert sind)

Hinweis: *Um jeweils durch eine Tabelle pro Anzeige (10 Zeilen) zu navigieren, geben Sie die Schrittzahl in Zehnerschritten ein, zum Beispiel 11, 21, 31 usw.*

Einfügen von Zeilen

So fügen Sie eine Zeile ein:

1. Verwenden Sie die Pfeiltasten, um zu dem Schritt zu wechseln, für den die neue Zeile eingefügt werden soll.
2. Drücken Sie auf **Insert Line** (Zeile einfügen). Der 717plus Autosampler dupliziert die vorherige Zeile und nummeriert alle nachfolgenden Zeilen neu.

Löschen von Zeilen

1. Verwenden Sie die Pfeiltasten, um zu dem Schritt zu wechseln, den Sie löschen möchten.
2. Drücken Sie auf **Delete Options** (Optionen löschen), und die Funktionstaste Delete Line (Zeile löschen) wird angezeigt.
3. Drücken Sie auf **Delete Line** (Zeile löschen). Der 717plus Autosampler entfernt die Zeile und nummeriert alle nachfolgenden Zeilen neu.

Löschen von Tabellen

So löschen Sie eine Tabelle:

1. Drücken Sie auf **Delete Options** (Optionen löschen), und die Funktionstaste Delete Table (Tabelle löschen) wird angezeigt.
2. Drücken Sie auf **Delete Table** (Tabelle löschen). Nachdem Sie das Löschen der Tabelle bestätigt haben, entfernt der Autosampler alle Daten auf der Seite.

Optionen

Wenn Sie eine Option für einen Schritt aktiviert haben, wird die Option nach dem Feld Run Time (Laufzeit) angegeben.

Hinweis: *Wenn Sie eine Option deaktiviert haben, wird sie nicht für den Schritt angegeben.*

4.6.1.2 Eingabe der Schrittparameter

Sie müssen für jeden Parameter in einem Schritt einen Wert eingeben. Die von Ihnen eingegebenen Parameter werden auf Dauer gespeichert.

Vor der Programmierung

Laden Sie die erforderlichen Phiolen in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen.

Hinweis: *Standardphiolen und herkömmliche Phiolen müssen nicht in aufeinander folgenden Positionen geladen werden.*

Programmierung

So programmieren Sie:

Step (Schritt)

1. Positionieren Sie den Cursor auf eine leere Zeile und drücken Sie auf **Enter** (Eingabetaste).

   Der 717plus Autosampler fügt eine neue Zeile ein und kopiert die Informationen aus der vorherigen Zeile, einschließlich der Schrittfunktion und der Optionseinstellungen.

   Sie können bis zu 96 verschiedene Schritte programmieren. Jede im Schritt enthaltene Phiole hat dieselbe Anzahl von Injektionen, dasselbe Injektionsvolumen, dieselbe Laufzeit, dieselben Schrittfunktionen und Optionen. Durch Änderung der Schritte und Schrittparameter können Sie mithilfe desselben Phiolensatzes eine andere Methode ausführen.

Vial From/To (von/bis Phiole)

2. Geben Sie eine Phiolennummer in die Felder From Vial (von Phiole) und To Vial (bis Phiole) ein. Standardmäßig wird die Phiolennummer auf den Wert eingestellt, den Sie in der vorherigen Zeile eingegeben haben. Gültige Einträge sind 1 bis 48 oder 1 bis 96, je nach dem verwendeten Karusselltyp.

   Wenn Sie Injektionen aus einer einzigen Phiole durchführen, geben Sie dieselbe Phiolennummer in die Felder From Vial (von Phiole) und To Vial (bis Phiole) ein. Wenn Sie Injektionen aus mehreren Phiolen durchführen, geben Sie die erste Phiole in das Feld From Vial (von Phiole) und die letzte Phiole in das Feld To Vial (bis Phiole) ein.

   Achtung: *Die in die Felder From Vial und To Vial eingegebene Phioleninjektionssequenz ist kontinuierlich. Wenn eine Phiole fehlt, injiziert der Autosampler Luft in das LC-System.*

 # Inj (Anzahl der Injektionen)

3. Geben Sie die Anzahl der aus jeder Phiole durchzuführenden Injektionen ein. Gültige Einträge sind 1 bis 99.

Inj Vol (Injektionsvolumen)

4. Geben Sie das Injektionsvolumen ein. Das maximale Injektionsvolumen hängt von der Größe der Probenschleife ab.

Größe der Probenschleife	Bereich (µL)
Standard	0 bis 200
Zusätzlich	0 bis 2000

Run Time (Laufzeit)

5. Geben Sie die Laufzeit in Minuten ein. Gültige Einträge sind 0 bis 999,9.

   Die Laufzeituhr beginnt, wenn die Probe in die mobile Phase eintritt. Gleichzeitig schließt der Autosampler den Kontakt Inject Start (Injektionsbeginn). Wenn die Laufzeituhr die programmierte Zeit erreicht hat, schließt der Autosampler den Kontakt Inject Stop (Injektionsende) und leitet eine andere Injektionssequenz ein, es sei denn, Sie haben eine Berichtsverzögerung konfiguriert.

   Hinweis: *Sie können die nächste Injektion verzögern, um einen Integrationsausdruck abzuschließen. Verwenden Sie das Eingangssignal Report Delay (Berichtsverzögerung) oder External Hold (externes Anhalten) (siehe Absatz 3.6.2, Einstellung von Parametern für LC-Systembetrieb).*

Schrittfunktionen

6. Programmieren Sie die Schrittfunktionen (wie in Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen beschrieben).

   Hinweis: *Sie können nur einen Schrittfunktionssatz und eine Option pro Schritt programmieren.*

4.6.2 Programmierung der Schrittfunktionen

Wählen Sie in der Anzeige Step Function (Schrittfunktion) die folgenden Parameter für jeden Schritt des automatischen Probelaufs aus:

- Needle Position (Nadelposition)
- Purge After Step (Reinigung nach Schritt)
- Optionen für einen Schritt des automatischen Probelaufs

- Programmierbare Ereignisausgangssignale

In diesem Abschnitt wird die Anzeige Step Function (Schrittfunktion) beschrieben (Abbildung 4-12).

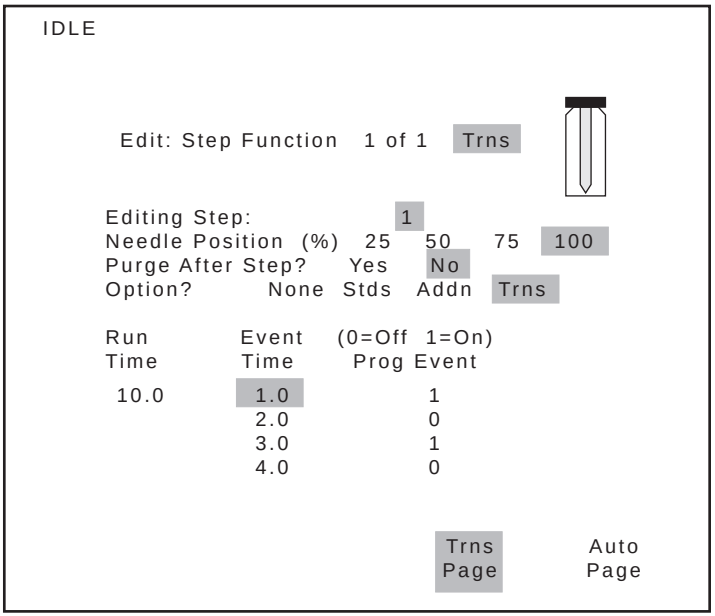


Abbildung 4-12 Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion)

Hinweis: *In Abbildung 4-12 ist ein Beispiel der Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) dargestellt, wenn die Option Auto Transfer (automatische Übergabe) ausgewählt ist. Wenn andere Optionen ausgewählt sind, werden die Tasten für diese Funktion angezeigt.*

Wenn keine Option aktiviert ist, wird im Optionsfeld „None“ (Keine) angezeigt, und es steht keine Optionstaste zur Verfügung.

Programmierung der Schrittfunktionen

So programmieren Sie Schrittfunktionen:

1. Öffnen Sie die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion), indem Sie in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) auf **Step Function** drücken.

   Die momentan ausgewählte Schrittnummer wird in der Anzeige Edit: Step Function angezeigt.

Editing Step (Schrittbearbeitung)

2. Um die Schrittnummer zu ändern, geben Sie eine neue Nummer auf der Tastatur ein und drücken Sie auf **Enter**.

Needle Position (Nadelposition)

3. Bewegen Sie den Cursor auf die Zeile Needle Position % (Nadelposition %). Hiermit wird die Ansaugposition der Nadel bestimmt. Wählen Sie mit den rechten und linken Pfeiltasten die gewünschte Position von **25**, **50**, **75** oder **100 %** aus. Der Standardwert ist 100 %.

   Die abgebildete Phiole in der rechten oberen Ecke des Monitors zeigt die ausgewählte Nadelposition an.

Purge After Step (Reinigung nach Schritt)

4. Bewegen Sie den Cursor auf die Zeile Purge After Step? (Reinigung nach Schritt?) und wählen Sie Yes (Ja). Die Standardeinstellung ist No (Nein).

   Diese Schrittfunktion verwendet die auf der Seite Purge and Compressibility (Reinigung und Komprimierbarkeit) festgelegten Reinigungsparameter. Weitere Informationen zum Einstellen der Reinigungszeit finden Sie unter Absatz 4.5.2, Durchführung von Reinigungen.

Option

5. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld **Option?** und wählen Sie die Option für den Schritt mit Hilfe der Pfeiltasten aus. Die Standardeinstellung ist **None** (Keine).

   Hinweis: *Wenn Sie zur Deaktivierung einer Option None (Keine) ausgewählt haben, werden alle für die Option programmierten Informationen gelöscht. Um die Option zu deaktivieren, ohne sie zu löschen, öffnen Sie die Optionsanzeige und stellen die Option auf No (Nein).*

6. Programmieren Sie die Option für den Schritt. Weitere Informationen zum Programmieren von Optionen finden Sie unter den folgenden Abschnitten:

   - Absatz 4.6.3, Verwendung der Funktion Auto Standards
   - Absatz 4.6.4, Verwendung der Funktion Auto Addition
   - Absatz 4.6.5, Verwendung der Funktion Auto Transfer

   Hinweis: *Sie können eine andere Option für jeden Schritt programmieren, nicht jedoch mehrere Optionen pro Schritt.*

Ereignisausgangssignal

7. Programmieren Sie das Ereignisausgangssignal für den Schritt (siehe Absatz 4.6.6, Programmierung des Ereignisausgangssignals).

4.6.3 Verwendung der Funktion Auto Standards

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Übersicht über die Funktion Auto Standards
- Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Standards
- Beispiel zu einem Probelauf für Auto Standards

4.6.3.1 Übersicht über die Funktion Auto Standards

Auto Standards

Verwenden Sie die Routine Auto Standards, um Standardphiolen so zu programmieren, dass sie während eines automatischen Probelaufs automatisch ausgeführt werden.

Verwenden Sie die Menüroutine Auto Standards zur Eingabe der Standardphiolenparameter, zusammen mit der Anzahl der Probenphiolen, die zwischen den Standardphiolen ausgeführt werden sollen.

Die Tabelle Auto Standards wird im Permanentspeicher gespeichert.

Standardphiolen

Sie können bis zu fünf Standardphiolen für jeden Schritt des automatischen Probelaufs angeben. Standardphiolen:

- Können eindeutig oder mehrfach vorhanden sein
- Müssen nicht in aufeinander folgenden Positionen in das Karussell geladen werden
- Können für jeden Schritt unterschiedlich sein

Auto Standards-Sequenz

Während eines Probelaufs für Auto Standards führt der 717plus Autosampler Folgendes aus:

- Injektionen von Standards (in der Anzeige Auto Standards angegeben)
- Injektionen von Proben (in der Anzeige Auto Run angegeben)
- Erneute Injektionen derselben Standards (in der Anzeige Auto Standards angegeben)

In Absatz 4.6.3.3, Beispiel zu einem Probelauf für Auto Standards ist ein Beispiel zu einem Probelauf für Auto Standards dargestellt.

4.6.3.2 Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Standards

Vor der Programmierung

Führen Sie vor der Programmierung folgende Schritte aus:

- Stellen Sie die Proben in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).
- Stellen Sie die Standards in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).
- Programmieren Sie den Schritt in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) (siehe Absatz 4.6.1, Programmierung eines automatischen Probelaufs).
- Programmieren Sie die Schrittfunktionen für den Schritt (siehe Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen).

Programmierung der Funktion Auto Standards

So programmieren Sie die Funktion Auto Standards:

1. Wählen Sie in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) einen Schritt aus (siehe Abbildung 4-11) und drücken Sie dann auf **Step Function** (Schrittfunktion), um die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) anzuzeigen.

   Hinweis: *Weitere Informationen zum Einstellen der Optionen Needle Position (Nadelposition) und Purge (Reinigung) finden Sie unter Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen.*

2. Drücken Sie in der Anzeige Edit: Step Function (Abbildung 4-12) auf die Taste mit dem **Pfeil nach unten**, um den Cursor auf das Feld Option? zu bewegen.
3. Drücken Sie auf die Taste mit dem **Pfeil nach rechts**, um den Cursor auf die Auswahl Stds (Standards) zu bewegen. Die Taste Stds Page (Standards-Seite) wird auf dem Monitor angezeigt.
4. Drücken Sie auf **Stds Page**, um die Anzeige Edit: Auto Standards (Bearbeiten: Automatische Standards) zu öffnen (Abbildung 4-13).

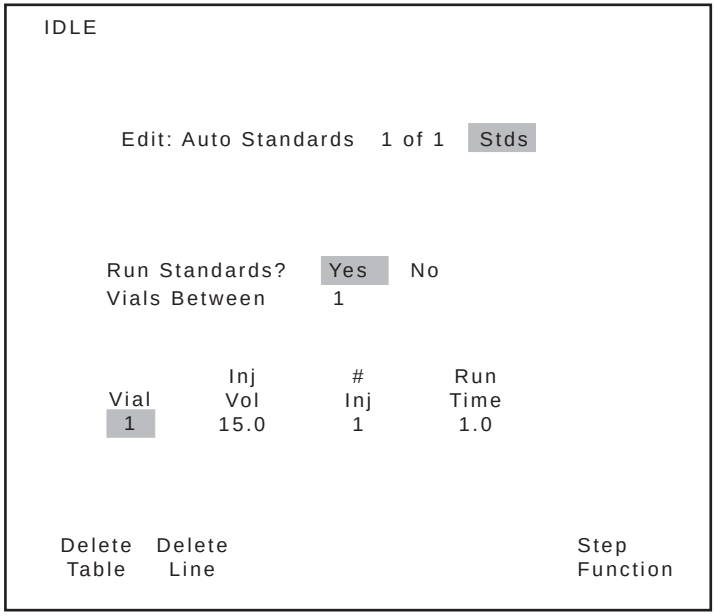


Abbildung 4-13 Anzeige Edit: Auto Standards (Bearbeiten: Automatische Standards)

5. Wählen Sie im Feld Run Standards? (Standards ausführen?) den Befehl **Yes** (Ja) aus (Standard).
6. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld Vials Between (Phiolen zwischen). Geben Sie die Anzahl der Probenphiolen ein, die zwischen den Standards ausgeführt werden soll (1 bis 48 oder 1 bis 96, je nach Karusselltyp).
7. Drücken Sie auf die Taste mit dem **Pfeil nach unten**, um den Cursor auf das Feld Vial (Phiole) zu bewegen. Geben Sie die folgenden Parameter für jede Standardphiole ein. Sie können bis zu fünf Standardphiolen für jeden Schritt des automatischen Probelaufs eingeben.

Parameter	**Beschreibung/Bereich**
Vial (Phiole)	Karussellnummer, 1 bis 96
Inj Vol (Injektionsvolumen)	0,0 bis 200,0 µL oder 0,0 bis 2000,0 µL*
# Inj (Anzahl der Injektionen)	Anzahl der Injektionen für die Standardphiole, 1 bis 99

Run Time (Laufzeit)	Die gesamte Laufzeit vom Injektionsbeginn bis zum Signal des Injektionsendes, 0,0 bis 999,9 min.

*. Abhängig von der im Waters 717plus Autosampler installierten Probenschleife

Ausführung der Funktion Auto Standards

So starten Sie den automatischen Probelauf:

1. Drücken Sie nach abgeschlossener Programmierung auf **Step Function** (Schrittfunktion) und dann auf **Auto Page** (Seite für automatischen Probelauf), um zur Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) zurückzukehren.
2. Drücken Sie auf **Start Auto** (automatischen Probelauf starten). Die Routine Auto Standards wird als Teil jeden programmierten Schritts ausgeführt. Eine Meldung wird angezeigt, dass die Funktion Auto Standards ausgeführt wird. Sie können die Monitoreinstellungen des momentan ausgeführten Schritts nicht ändern.

Deaktivierung der Funktion Auto Standards

Um die Funktion Auto Addition (automatische Addition) in der Anzeige Edit: Auto Addition zu deaktivieren, wählen Sie im Feld Run Addition? (Addition ausführen?) den Befehl **No** (Nein). Die programmierten Informationen für Auto Standards werden gespeichert, Auto Standards werden jedoch nicht ausgeführt.

Wenn die Funktion Auto Standards deaktiviert ist, wird die Option Stds (Standards) in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) nicht angezeigt.

Hinweis: *Wenn Sie die Funktion Auto Standards in der Anzeige Edit: Step Function deaktivieren, indem Sie im Feld Option den Eintrag None (Keine) auswählen, löschen Sie die für die Funktion Auto Standards programmierten Informationen.*

4.6.3.3 Beispiel zu einem Probelauf für Auto Standards

Während eines Auto Standards-Probelaufs werden die Standards jeweils immer zu Beginn eines Schritts ausgeführt. Sie können auch während oder am Ende eines Schritts ausgeführt werden.

Ob Standards während oder am Ende eines Schritts ausgeführt werden, hängt von der Anzahl der Phiolen in einem Schritt und von der zwischen den Standards auszuführenden Anzahl der Phiolen ab.

Hinweis: *Wenn Sie eine statische Probe während eines Auto Standard-Probelaufs ausführen, wird die statische Probe nicht als Teil der Probenphiolen berücksichtigt, die zwischen den Standards ausgeführt werden.*

Standards während oder am Ende eines Probelaufs

Wenn die Anzahl der Phiolen im Schritt *gleich* dem Wert Vials Between (Phiolen zwischen) ist, werden Standards zu Beginn und am Ende des Schritts ausgeführt.

Wenn die Anzahl der Phiolen im Schritt *ein Vielfaches* von dem Wert Vials Between (Phiolen zwischen) ist, werden Standards zu Beginn, während und am Ende des Schritts ausgeführt (Abbildung 4-14).

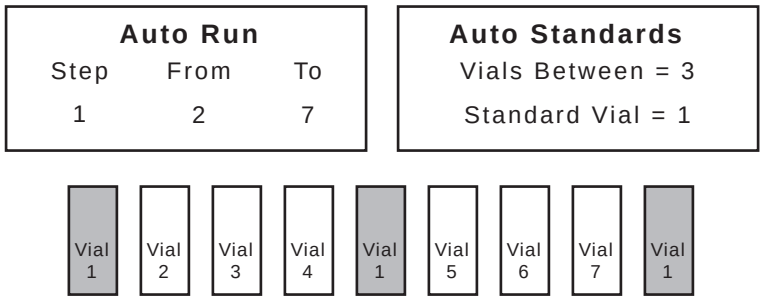


Abbildung 4-14 Beispiel zum Probelauf 1 für Auto Standards

Keine Standards am Ende des Probelaufs

Standards werden in den folgenden Fällen nicht nach der letzten Probe ausgeführt (Abbildung 4-15):

- Die Anzahl der Phiolen im Schritt ist *nicht* gleich dem Wert Vials Between (Phiolen zwischen).
- Die Anzahl der Phiolen im Schritt ist *nicht* ein Vielfaches von dem Wert Vials Between.

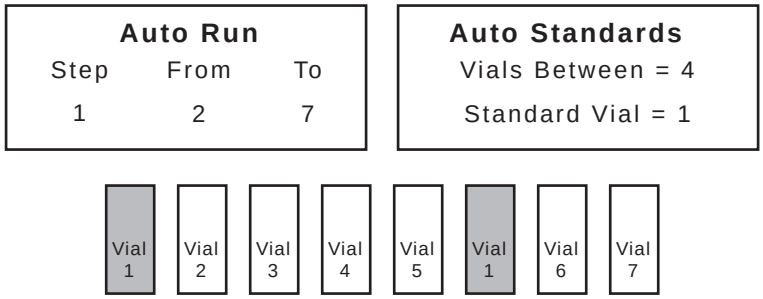


Abbildung 4-15 Beispiel zum Probelauf 2 für Auto Standards

4.6.4 Verwendung der Funktion Auto Addition

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Übersicht über die Funktion Auto Addition
- Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Addition
- Beispiel zu einem Probelauf für Auto Addition

4.6.4.1 Übersicht über die Funktion Auto Addition

Auto Addition

Mit der Funktion Auto Addition können Sie die angegebenen Volumen aus herkömmlichen Phiolen und dann aus einer Probenphiole ansaugen. Die herkömmlichen Lösungen und die Probe sind alle *in der Probenschleife* vor der Injektion enthalten. Sie können eine Verzögerungszeit für die Injektion der Probe und der herkömmlichen Lösungen festlegen.

Die Funktion Auto Addition kann für Anwendungen verwendet werden, die eine automatische Addition von Derivatagenten, Standards oder Referenzpeaks erfordern.

Die Tabelle Auto Addition wird im Permanentspeicher gespeichert.

Herkömmliche Phiolen

Sie können bis zu fünf herkömmliche Phiolen für jeden Schritt des automatischen Probelaufs angeben. Herkömmliche Phiolen:

- Können eindeutig oder mehrfach vorhanden sein
- Müssen nicht in aufeinander folgenden Positionen in das Karussell geladen werden

- Können für jeden Schritt unterschiedlich sein

Automatische Additionssequenz

Während eines Auto Addition-Probelaufs führt der 717plus Autosampler Folgendes aus:

- Ansaugen von Lösungen und Proben aus allen herkömmlichen Phiolen (in der Anzeige Auto Addition angegeben)
- Ansaugen von Lösungen und Proben aus der Probenphiole (in der Anzeige Auto Run angegeben)
- Verzögerung, wenn angegeben
- Injektionen

In Absatz 4.6.4.3, Beispiel zu einem Probelauf für Auto Addition ist ein Beispiel zu einem Probelauf für Auto Addition dargestellt.

4.6.4.2 Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Addition

Vor der Programmierung

Führen Sie vor der Programmierung folgende Schritte aus:

- Stellen Sie die Proben in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).
- Stellen Sie die herkömmlichen Phiolen in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).
- Programmieren Sie den Schritt in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) (Absatz 4.6.1, Programmierung eines automatischen Probelaufs).
- Programmieren Sie die Schrittfunktionen für den Schritt (Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen).

Programmierung der Funktion Auto Addition

So programmieren Sie die Routine Auto Addition:

1. Wählen Sie in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) einen Schritt aus (Abbildung 4-11) und drücken Sie dann auf **Step Function** (Schrittfunktion), um die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) anzuzeigen.

   Hinweis: *Weitere Informationen zum Einstellen der Optionen Needle Position (Nadelposition) und Purge (Reinigung) finden Sie unter Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen.*

2. Drücken Sie in der Anzeige Edit: Step Function (Abbildung 4-12) auf die Taste mit dem **Pfeil nach unten**, um den Cursor auf das Feld Option? zu bewegen.
3. Drücken Sie auf die Taste mit dem Pfeil nach rechts, um den Cursor auf das Feld **Addn** (Addition) zu bewegen. Die Taste Addn Page (Additionsseite) wird angezeigt.
4. Drücken Sie auf **Addn Page** (Additionsseite), um die Anzeige Auto Addition zu öffnen (Abbildung 4-16).

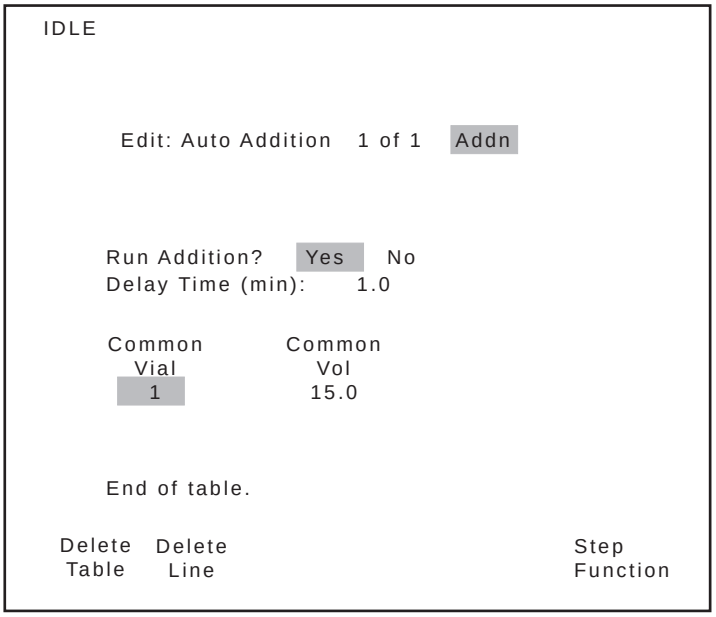


Abbildung 4-16 Anzeige Auto Addition (automatische Addition)

5. Wählen Sie im Feld Run Addition? (Addition ausführen?) den Befehl **Yes** (Ja) aus (Standard).
6. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld Delay Time (Verzögerungszeit). Geben Sie die Verzögerungszeit vor der Injektion ein (0,0 bis 999,9 Minuten). Der Standardwert ist 1,0 Minute.

7. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld Common Vial (herkömmliche Phiole). Geben Sie bis zu fünf herkömmliche Phiolen ein.

Parameter	Beschreibung/Bereich
Common Vial (herkömmliche Phiole)	Karussellnummer, 1 bis 96
Common Vol (herkömmliches Volumen)	Das aus der herkömmlichen Phiole anzusaugende Volumen: 0,0 bis 200,0 µL oder 0,0 bis 2000,0 µL*

*. Abhängig von der im Waters 717plus Autosampler installierten Probenschleife

Ausführung der Funktion Auto Addition

So starten Sie den automatischen Probelauf:

1. Drücken Sie nach abgeschlossener Programmierung auf **Step Function** (Schrittfunktion) und dann auf **Auto Page** (Seite für automatischen Probelauf), um zur Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) zurückzukehren.
2. Drücken Sie auf **Start Auto** (automatischen Probelauf starten). Die Routine Auto Addition wird als Teil jeden programmierten Schritts ausgeführt. Eine Meldung wird angezeigt, dass die Funktion Auto Addition ausgeführt wird. Sie können Einträge nach dem Start des automatischen Probelaufs nicht ändern.

Deaktivierung der Funktion Auto Addition

Um die Funktion Auto Addition (automatische Addition) in der Anzeige Edit: Auto Addition zu deaktivieren, wählen Sie im Feld Run Addition? (Addition ausführen?) den Befehl **No** (Nein). Die programmierten Informationen für Auto Addition werden gespeichert, Auto Addition wird jedoch nicht ausgeführt.

Wenn die Funktion Auto Addition deaktiviert ist, wird die Option Addn (Addition) in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) nicht angezeigt.

Hinweis: *Wenn Sie die Funktion Auto Addition in der Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) deaktivieren, indem Sie im Feld Option den Eintrag None (Keine) auswählen, löschen Sie die für die Funktion Auto Addition programmierten Informationen.*

4.6.4.3 Beispiel zu einem Probelauf für Auto Addition

Während eines Auto Addition-Probelaufs saugt der 717plus Autosampler das angegebene Volumen aus bis zu fünf herkömmlichen Phiolen sowie aus der Probenphiole an und injiziert dann das gesamte Volumen *aller* Volumen (Abbildung 4-17).

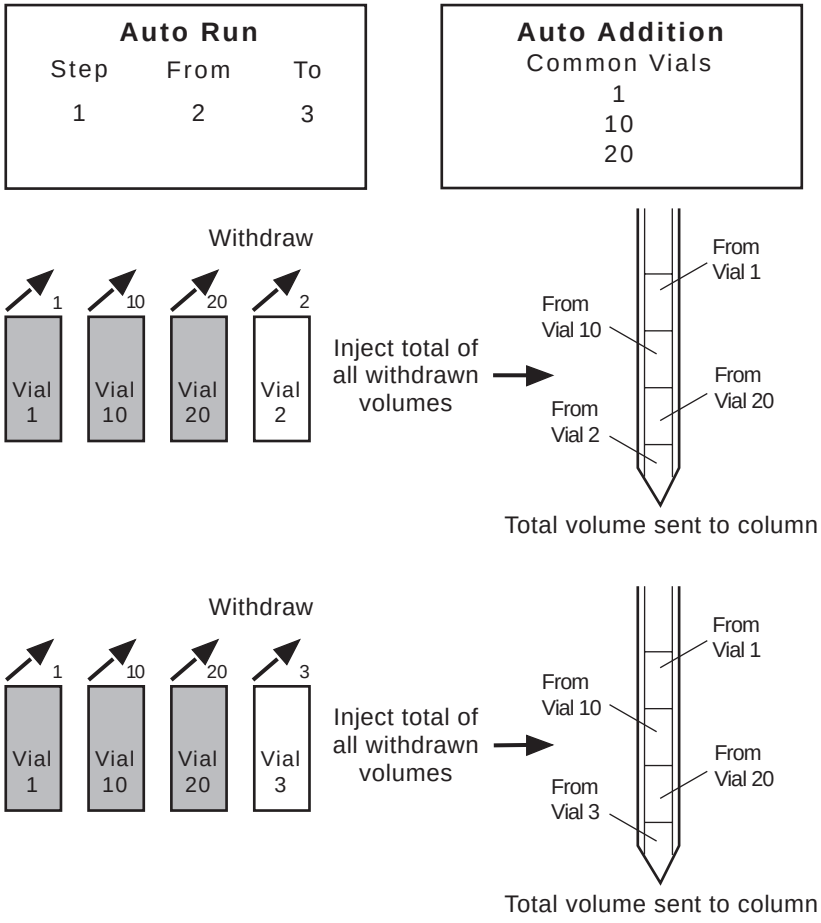


Abbildung 4-17 Beispiel für Auto Addition (automatische Addition)

4.6.5 Verwendung der Funktion Auto Transfer

In diesem Abschnitt wird Folgendes beschrieben:

- Übersicht über die Funktion Auto Transfer
- Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Transfer
- Beispiel zu einem Probelauf für Auto Transfer

4.6.5.1 Übersicht über die Funktion Auto Transfer

Auto Transfer

Die Funktion Auto Transfer ermöglicht es Ihnen, Lösungen aus einer Übergabephiole anzusaugen, in die Probenphiole auszugeben und zu mischen. Sie können bis zu fünf Übergabephiolen für jeden Schritt programmieren. Nach jeder Übergabe können Sie eine Verzögerungszeit und eine Reinigung programmieren.

Die Funktion Auto Transfer wird für Anwendungen verwendet, die eine automatische Übergabe von Derivatagenten, Standards oder Referenzpeaks erfordern.

Die Tabelle Auto Transfer wird im Permanentspeicher gespeichert.

Auto Transfer-Sequenz

Während eines Auto Transfer-Probelaufs führt der 717plus Autosampler Folgendes aus:

- Ansaugen eines Luftspalts in die Nadel, um eine Diffusion der Probe zu vermeiden
- Ansaugen einer Übergabelösung (in der Anzeige Auto Transfer angegeben)
- Ausgabe der Übergabelösung in eine Probenphiole (in der Anzeige Auto Run angegeben)
- Vermischung, wenn angegeben
- Warten auf eine Verzögerungszeit, wenn angegeben. Wenn eine Reinigung festgelegt wurde (zum Spülen der Nadel und der Probenschleife), beginnt die Reinigung zur selben Zeit wie die Verzögerung.
- Injektion der Proben-/Übergabe-/vermischten Lösung

In Absatz 4.6.5.3, Beispiel zu einem Probelauf für Auto Transfer ist ein Beispiel zu einem Probelauf für Auto Transfer dargestellt.

4.6.5.2 Programmierung und Ausführung der Funktion Auto Transfer

Vor der Programmierung

Führen Sie vor der Programmierung folgende Schritte aus:

- Stellen Sie die Proben in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).
- Stellen Sie die Übergabephiolen in das Karussell und notieren Sie sich die Positionen (normalerweise in aufeinander folgender Reihenfolge).

- Programmieren Sie den Schritt in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) (Absatz 4.6.1, Programmierung eines automatischen Probelaufs).
- Programmieren Sie die Schrittfunktionen für den Schritt (Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen).

Programmierung der Funktion Auto Transfer

So programmieren Sie die Routine Auto Transfer:

1. Wählen Sie in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) einen Schritt aus (Abbildung 4-11) und drücken Sie dann auf **Step Function** (Schrittfunktion), um die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) anzuzeigen.

   Hinweis: *Weitere Informationen zum Einstellen der Optionen Needle Position (Nadelposition) und Purge (Reinigung) finden Sie unter Absatz 4.6.2, Programmierung der Schrittfunktionen.*

2. Drücken Sie in der Anzeige Edit: Step Function (Abbildung 4-12) auf die Taste mit dem **Pfeil nach unten**, um den Cursor auf das Feld Option? zu bewegen.
3. Drücken Sie auf die Taste mit dem **Pfeil nach rechts**, um den Cursor auf das Feld Trns (Übergabe) zu bewegen (Abbildung 4-12). Die Taste Trns Page (Übergabeseite) wird angezeigt.
4. Drücken Sie auf **Trns Page**, um die Anzeige Edit: Auto Transfer (Bearbeiten: Automatische Übergabe) zu öffnen (Abbildung 4-18).

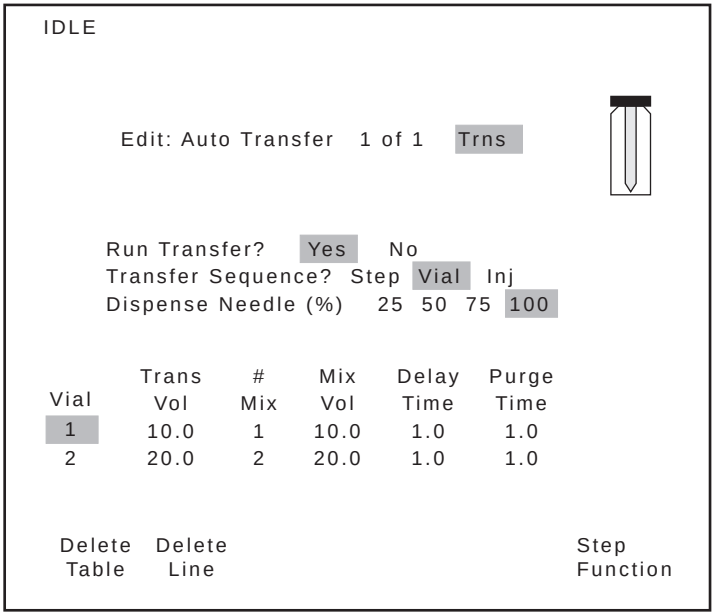


Abbildung 4-18 Anzeige Auto Transfer (automatische Übergabe)

5. Wählen Sie im Feld Run Transfer? (Übergabe ausführen?) den Befehl **Yes** (Ja) aus (Standard).
6. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld **Transfer Sequence?** (Übergabesequenz?). Wählen Sie eine Übergabesequenz:
   - **Step** (Schritt): Mit dieser Option wird die Lösung einmal *zu Beginn eines Schritts übertragen.* Die Lösung wird von der angegebenen Phiole nur in die erste Probenphiole im Schritt übertragen.
   - **Vial (Standard)** (Phiole): Mit dieser Option wird die Lösung einmal *für jede Phiole im Schritt übertragen.* Die Lösung wird in jede Probenphiole vor der ersten Injektion jeder Phiole übertragen.
   - **Inj** (Injektion): Mit dieser Option wird die Lösung *vor jeder Injektionen aus jeder Phiole übertragen.* Verwenden Sie diese Methode für mehrere (progressive) Probenlösungen.

   Hinweis: *In Absatz 4.6.5.3, Beispiel zu einem Probelauf für Auto Transfer sind Beispiele für jede Übergabesequenz angegeben.*
7. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld **Dispense Needle (%)** (Nadel ausgeben). Der Standardwert ist 100. Die angezeigte Zahl ist die Nadelausgabeposition in derselben Phiole.

Bewegen Sie den Cursor auf **25%**, **50%**, **75%** oder **100%**. Zur Optimierung der Mischung wählen Sie die Position, in der die Unterseite der Nadel in die Lösungsmitte in der Probenphiole platziert wird.

Die Einstellung Dispense Needle (Nadel ausgeben) gilt nur für die Ausgabe. Wenn der 717plus Autosampler während der Mischung die Lösung aus der Übergabephiole oder Probenphiole ansaugt, ist die Nadelposition bei 100 %.

8. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld Vial (Phiole). Geben Sie die folgenden Parameter für bis zu fünf Übergabephiolen ein:

Parameter	**Beschreibung/Bereich**
Vial (Phiole)	Nummer der Übergabephiole (zum Ansaugen), 1 bis 48 oder 1 bis 96.
Trans Vol (Übergabevolumen)	Das aus der Übergabephiole anzusaugende Volumen beträgt: 0,0 bis 150,0 µL oder 0,0 bis 1500,0 µL (abhängig von der installierten Probenschleife). Das Volumen ist auf 60 % der Spritzengröße begrenzt. Eine 250 µL-Spritze wird für die meisten Anwendungen empfohlen. STOP ***Hinweis:*** *Programmieren Sie kein Übergabevolumen, das größer als das Volumen der Probenphiole ist.*
# Mix (Anzahl der Mischungen)	Anzahl der Mischzyklen, 0 bis 9. Ein Mischzyklus saugt eine Probe aus der Probenphiole an und gibt sie in dieselbe Phiole zurück.

Parameter	Beschreibung/Bereich
Mix Vol (Mischungsvolumen)	Das Flüssigkeitsvolumen, das zum Mischen in dieselbe Phiole angesaugt wird: 0,0 bis 150,0 µL oder 0,0 bis 1500,0 µL (abhängig von der installierten Probenschleife). Beachten Sie, dass das Volumen auf 60 % der Spritzengröße begrenzt ist.
Purge Time (Reinigungszeit)	0,0 bis 99,9 Minuten. Denken Sie daran, dass während einer Auto Transfer-Reinigung nur die Probenschleife gereinigt wird. Die Spritze wird nicht gereinigt, und es wird auch keine Kompressionsüberprüfung durchgeführt.
Delay Time (Verzögerungszeit)	Die Verzögerungszeit vor der nächsten Übergabe oder Injektion, 0,0 bis 99,9 Minuten. Die Verzögerung und Reinigung werden gleichzeitig ausgeführt. Wenn Sie zum Beispiel eine Verzögerungszeit von 3 Minuten und eine Reinigungszeit von 1 Minute programmieren, führt der 717plus Autosampler eine Reinigung für 1 Minute durch und verzögert sie dann für weitere 2 Minuten. Wenn die Reinigungszeit länger als die Verzögerungszeit programmiert wird, führt dies zu einer Verzögerung, die genauso lang wie die Reinigung ist.

Ausführung der Funktion Auto Transfer

So führen Sie die Routine Auto Transfer aus:

1. Drücken Sie nach abgeschlossener Programmierung auf **Step Function** (Schrittfunktion) und dann auf **Auto Page** (Seite für automatischen Probelauf), um zur Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) zurückzukehren.
2. Drücken Sie auf **Start Auto** (automatischen Probelauf starten), um den Probelauf zu starten. Die Routine Auto Transfer wird als Teil des automatischen Probelaufs ausgeführt. Eine Meldung wird angezeigt, dass die Funktion Auto Transfer ausgeführt wird. Sie können die Monitoreinstellungen des momentan ausgeführten Schritts nicht ändern.

Deaktivierung der Funktion Auto Transfer

Zum Deaktivieren der Funktion Auto Transfer in der Anzeige Edit: Auto Transfer (Bearbeitung: Automatische Übergabe) wählen Sie im Feld Run Transfer? (Übergabe ausführen?) den Befehl **No** (Nein). Die programmierten Informationen für Auto Transfer werden gespeichert, Auto Transfer wird jedoch nicht ausgeführt.

Wenn die Funktion Auto Transfer deaktiviert ist, wird die Option Trns (Übergabe) in der Anzeige Auto Run (automatischer Probelauf) nicht angezeigt.

Hinweis: *Wenn Sie die Funktion Auto Transfer in der Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) deaktivieren, indem Sie im Feld Option den Eintrag None (Keine) auswählen, löschen Sie die für die Funktion Auto Transfer programmierten Informationen.*

4.6.5.3 Beispiel zu einem Probelauf für Auto Transfer

Übergabe vor Schritt

Wenn Sie Step (Schritt) als die Übergabesequenz gewählt haben, überträgt der 717plus Autosampler eine Lösung *einmal zu Beginn eines Schritts* in die Probenphiole. Die Lösung wird von der angegebenen Übergabephiole in die erste Probenphiole im Schritt übertragen.

In Abbildung 4-19 ist ein automatischer Probelauf in zwei Schritten dargestellt, in denen die Übergabe von Phiole 1 (herkömmliche Phiole) in die erste Phiole von jedem Schritt (Phiolen 2 und 10) erfolgt.

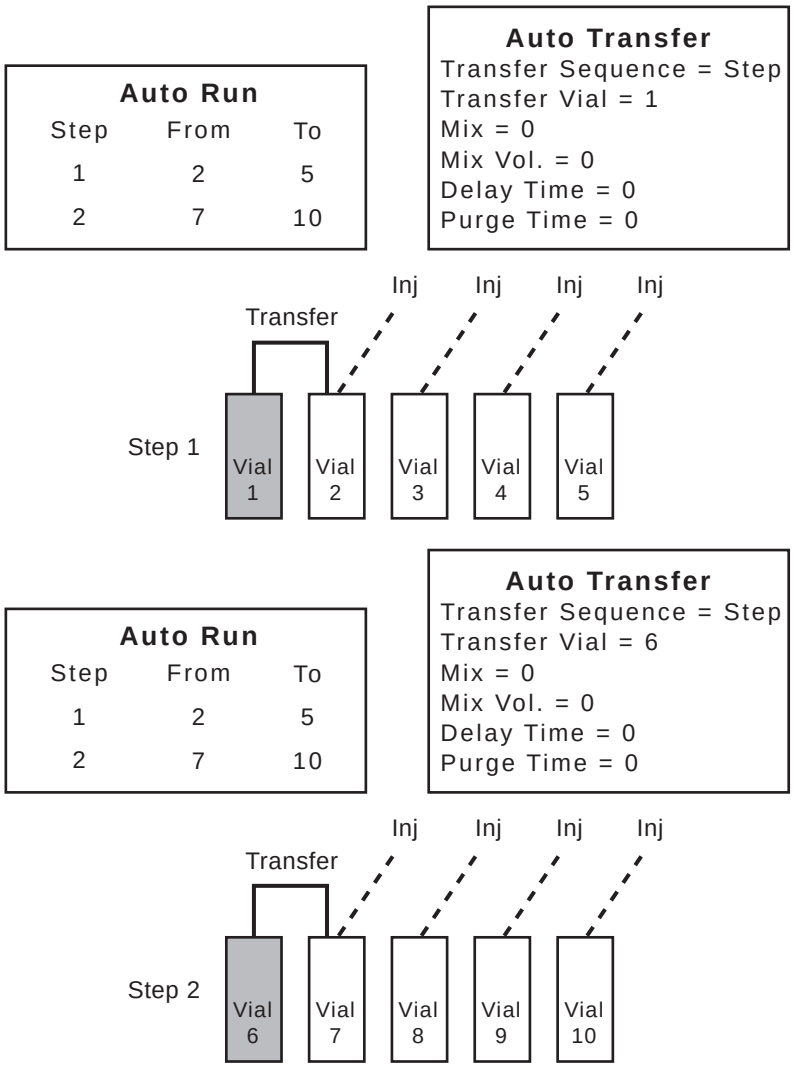


Abbildung 4-19 Übergabe vor Schritt

Übergabe vor Phiole

Wenn Sie Vial (Phiole) als die Übergabesequenz gewählt haben, überträgt der 717plus Autosampler eine Lösung in die Probenphiole *einmal für jede Phiole im Schritt*. Die Lösung wird vor der ersten Injektion von jeder Phiole übertragen.

In Abbildung 4-20 ist ein automatischer Probelauf in einem Schritt dargestellt, in dem die Übergabe einmal für eine Phiole erfolgt und dann alle Injektionen aus der Phiole durchgeführt werden.

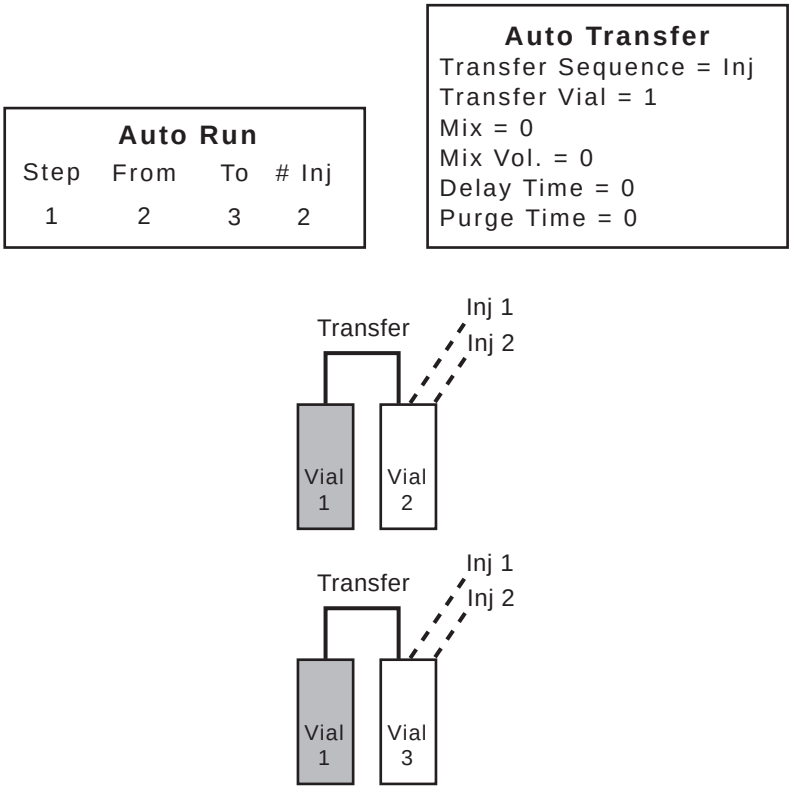


Abbildung 4-20 Übergabe vor Phiole

Übergabe vor Injektion

Wenn Sie Injection (Injektion) als die Übergabesequenz gewählt haben, überträgt der 717plus Autosampler eine Lösung in die Probenphiole *vor jeder Injektion aus jeder Phiole.* Verwenden Sie diese Methode für mehrere (progressive) Probenlösungen.

In Abbildung 4-21 ist ein automatischer Probelauf in einem Schritt dargestellt, in dem eine Übergabe vor jeder Injektion erfolgt.

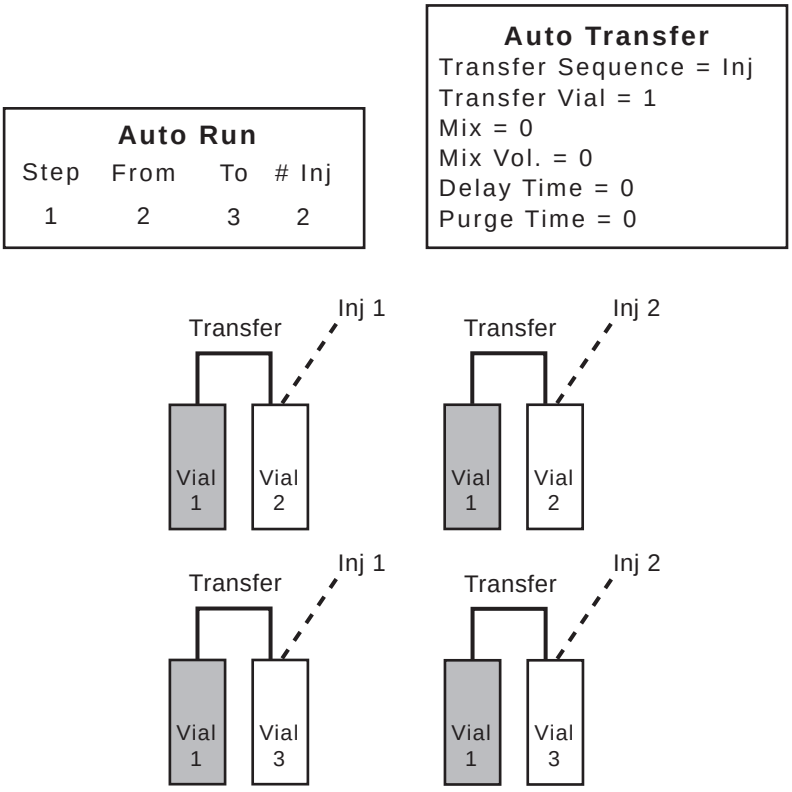


Abbildung 4-21 Übergabe vor Injektion

4.6.6 Programmierung des Ereignisausgangssignals

Der 717plus Autosampler verfügt über einen Kontaktschluss, den Sie so programmieren können, dass er bis zu viermal während eines Schritts eines automatischen Probelaufs aktiviert oder deaktiviert werden kann. Öffnen Sie die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion), um die Kontaktstati und Ereigniszeiten zu programmieren.

Hinweis: *Am Ende einer Injektion verbleibt das Ereignis im letzten programmierten Status. Dies bedeutet, dass ein Ereignis, wenn es am Ende eines Probelaufs aktiviert ist, ebenfalls zu Beginn des nächsten Probelaufs aktiviert ist, es sei denn, Sie deaktivieren es.*

Programmierung des Ereigniskontakts

So programmieren Sie das Ereignisausgangssignal:

1. Wählen Sie in der Anzeige Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) einen Schritt aus (Abbildung 4-11) und drücken Sie dann auf **Step Function** (Schrittfunktion), um die Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion) anzuzeigen (Abbildung 4-22).

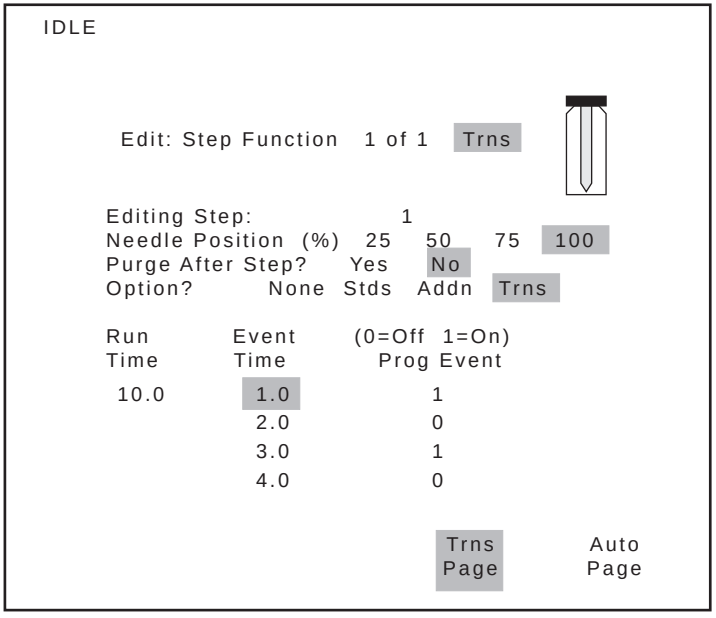


Abbildung 4-22 Anzeige Edit: Step Function (Bearbeiten: Schrittfunktion)

Programmieren Sie das Ereignisausgangssignal mit Hilfe der Felder Event Time (Ereigniszeit) und Prog Event (programmierbares Ereignissignal) unten auf der Anzeige. Das Feld Run Time (Laufzeit) zeigt die Laufzeit für den ausgewählten Schritt an und kann in dieser Anzeige nicht geändert werden. Die angezeigte Laufzeit ist der Höchstwert, der in das Feld Event Time (Ereigniszeit) eingegeben werden kann.

2. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld **Event Time** (Ereigniszeit). Geben Sie die Zeit (ab Injektionsbeginn) ein, zu der das erste Ereignis aktiviert oder deaktiviert werden soll. Gültige Einträge sind von 0 bis zu einem Wert, der gleich der Laufzeit ist und im Feld Run Time (Laufzeit) angezeigt wird.

3. Bewegen Sie den Cursor auf das Feld **Prog Event** (programmierbares Ereignissignal). Geben Sie **1** ein, um das Ereignis zu aktivieren. Geben Sie **0** ein, um das Ereignis zu deaktivieren. Drücken Sie dann auf **Enter**.
4. Wiederholen Sie die Schritte 3 und 4, um gegebenenfalls die drei zusätzlichen Ereigniszeiten zu programmieren.

4.6.7 Start und Stopp eines automatischen Probelaufs

Hinweis: *Führen Sie vor dem Start eines automatischen Probelaufs eine Reinigung durch, um sicherzustellen, dass sich eine frische mobile Phase im Autosampler befindet.*

Start

Zum Starten eines Probelaufs drücken Sie auf **Start Auto** (automatischen Probelauf starten), und die Anzeige Auto Run Status (Status des automatischen Probelaufs) wird angezeigt.

Stopp

So stoppen Sie einen automatischen Probelauf:

1. Drücken Sie auf **Stop Run** (Probelauf stoppen). Die folgende Meldung wird angezeigt:

   `Do you really want to stop the auto run? (Möchten Sie den automatischen Probelauf wirklich stoppen?)`

2. Drücken Sie auf **Yes** (Ja), um den Probelauf zu stoppen.

   Wenn der Autosampler die Vorinjektionssequenz ausführt (die Probe befindet sich noch in der Probenschleife), können Sie Folgendes durchführen:

   - **Probe reinigen**: Probe wird gespült, Rückkehr zum Menü Edit: Purge (Bearbeiten: Reinigung). Wählen Sie **Main Page** (Hauptseite), um zum Hauptmenü zurückzukehren.
   - **Probe injizieren**: Die Injektionssequenz wird abgeschlossen, und die Anzeige Auto Run Status (Status des automatischen Probelaufs) wird angezeigt. Drücken Sie in der Anzeige Auto Run Status auf den Befehl **Go to Idle** (In den Leerlauf wechseln), um mit der Programmierung fortzufahren. Mit den Funktionstasten **Auto Page** (Seite für automatischen Probelauf) und **Stat Run** (statischer Probelauf) können Sie die Parameter anzeigen, ohne Änderung vornehmen zu müssen.

4.6.8 Überwachung des Status des automatischen Probelaufs

Überwachen Sie einen automatischen Probelauf mithilfe der Anzeige Auto Run Status (Abbildung 4-23).

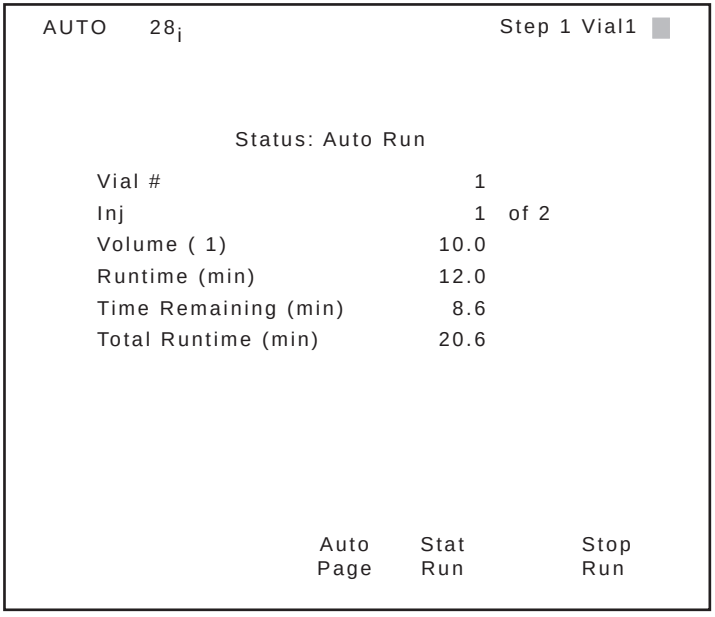


Abbildung 4-23 Anzeige Auto Run Status

In der Anzeige Auto Run Status werden die folgenden Parameter angezeigt (Abbildung 4-23):

- **Schritt- und Phiolennummer**: Diese werden in der rechten oberen Ecke angezeigt, zusammen mit einem blinkenden Cursor, der darauf hinweist, dass der Probelauf ausgeführt wird.
- **Vial #** (Phiolennummer): Zeigt die aktuelle Probenphiolennummer an.
- **Inj** (Injektion): Zeigt die aktuelle Injektion und Anzahl der Injektionen pro Probenphiole im aktuellen Schritt an.
- **Volume** (Volumen): Zeigt das injizierte Volumen an.
- **Runtime** (Laufzeit): Zeigt die programmierte Laufzeit für die aktuelle Injektion an.
- **Time Remaining** (verbleibende Zeit): Zeigt die verbleibende Zeit für die aktuelle Injektion an.

- **Total Runtime** (gesamte Laufzeit): Zeigt die Zeit an, die zum Ausführen der aktuellen und aller verbleibenden Injektionen in der Tabelle Edit: Auto Run (Bearbeiten: Automatischer Probelauf) benötigt wird.
- **Options** (Optionen): Zeigt die Option an, die gegebenenfalls für diesen Schritt ausgeführt wird.

  Hinweis: *Die gesamte Laufzeit berücksichtigt* nicht *die Zeit, die zum Ausführen der programmierten Optionen erforderlich ist, die Ansaugzeit der Probe oder die Berichtsverzögerungszeit.*

4.7 Ausführung eines statischen Probelaufs

Die statische Probenlauffunktion ermöglicht es Ihnen, einen automatischen Probelauf zu unterbrechen, um Injektionen von Prioritätsproben durchzuführen. Wenn der statische Probelauf abgeschlossen wurde, kehrt der Autosampler zur nächsten Injektion des automatischen Probelaufprogramms zurück.

Durchführung eines statischen Probelaufs

So führen Sie einen statischen Probelauf durch:

1. Wenn der Autosampler eine Injektion durchführt, warten Sie, bis die Injektionssequenz abgeschlossen wurde. Entfernen Sie dann das Probenkarussell.
2. Laden Sie die Proben in einer kontinuierlichen Reihenfolge in das Karussell.
3. Drücken Sie in der Anzeige Auto Run Status auf die Taste **Stat Run** (statischer Probelauf). Die Anzeige Edit: Stat Run (Bearbeiten: Statischer Probelauf) wird angezeigt (Abbildung 4-24).

Hinweis: *Der Autosampler schließt die aktuelle Injektion ab, bevor der statische Probelauf gestartet wird. Das Karussell wird während der Injektionssequenz nicht freigegeben.*

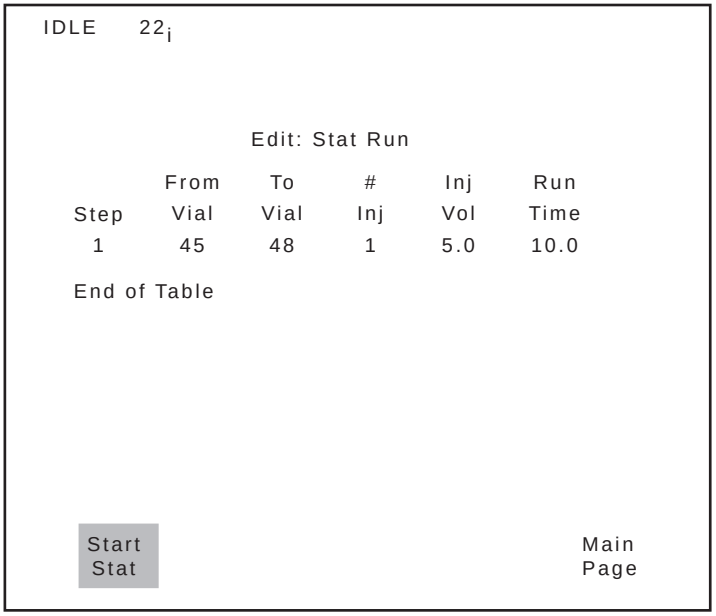


Abbildung 4-24 Anzeige Edit: Stat Run (Bearbeiten: Statischer Probelauf)

Eingabe von Parametern für den statischen Probelauf

Hinweis: *Sie müssen einen Wert für jeden Parameter eingeben. Informationen zu den Parameterbereichen finden Sie unter Absatz 4.6.1, Programmierung eines automatischen Probelaufs.*

So programmieren Sie einen statischen Probelauf:

1. Geben Sie die erste Phiole der statischen Probensequenz in das Feld From Vial (von Phiole) ein.
2. Geben Sie die letzte Phiole der statischen Probensequenz in das Feld To Vial (bis Phiole) ein. Wenn Sie nur eine Probe ausführen, geben Sie die Phiolennummer erneut in das Feld To Vial ein.
3. Geben Sie die Anzahl der Injektionen, die aus jeder Phiole durchgeführt werden, in das Feld # Inj (Anzahl der Injektionen) ein.
4. Geben Sie im Feld Inj Vol (Injektionsvolumen) das Volumen in Mikrolitern für jede Injektion an.
5. Geben Sie die Zeitspanne vom Injektionsbeginn bis zum Signal End-of-Run (Injektionsende) und dem Beginn der nächsten Injektion in das Feld Run Time (Laufzeit) ein.

Start eines statischen Probelaufs

Drücken Sie nach dem Programmieren der statischen Parameter auf **Start Stat** (statischen Probelauf starten), um den Probelauf zu starten.

Hinweis: *Der statische Probelauf wird erst gestartet, wenn die Laufzeit für die letzte Injektion des automatischen Probelaufs beendet wurde.*

Überwachung eines statischen Probelaufs

Wenn der statische Probelauf beginnt, wird die Anzeige Stat Run Status (Status des statischen Probelaufs) angezeigt (Abbildung 4-25).

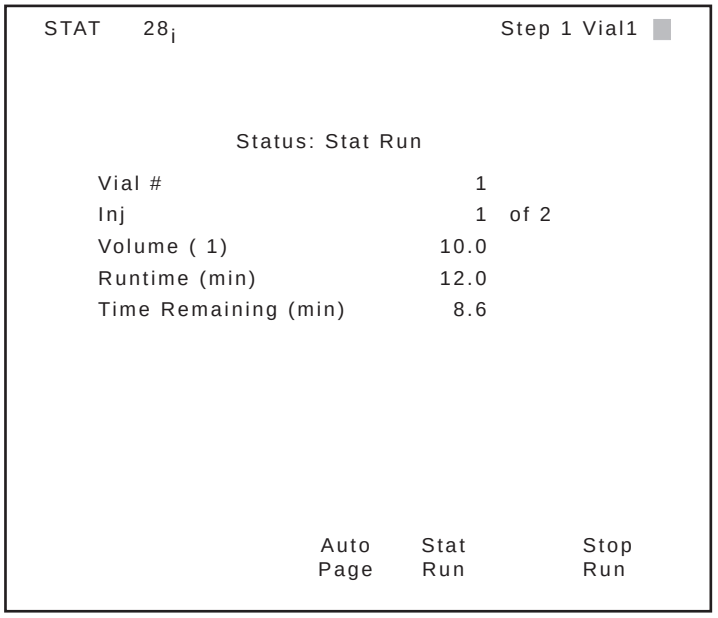


Abbildung 4-25 Status: Stat Run (statischer Probelauf)

In der Anzeige Stat Run Status werden die folgenden Parameter angezeigt:

- **Schritt- und Phiolennummer**: Diese werden in der rechten oberen Ecke angezeigt, zusammen mit einem blinkenden Cursor, der darauf hinweist, dass der Probelauf ausgeführt wird.
- **Vial #** (Phiolennummer): Zeigt die aktuelle Phiolennummer an.
- **Inj** (Injektion): Zeigt die aktuelle Injektion und Anzahl der Injektionen pro Phiole im aktuellen Schritt an.

- **Volume** (Volumen): Zeigt das injizierte Volumen an.
- **Runtime** (Laufzeit): Zeigt die Laufzeit für die aktuelle Injektion an.
- **Time Remaining** (verbleibende Zeit): Zeigt die verbleibende Zeit für den aktuellen statischen Probelauf an.

Stopp eines statischen Probelaufs

Hinweis: *Wenn Sie einen statischen Probelauf stoppen, wird der automatische Probelauf abgebrochen. Der Autosampler kehrt nicht zu den verbleibenden Schritten des automatischen Probelaufs zurück und führt diese nicht aus.*

So stoppen Sie einen statischen Probelauf:

1. Drücken Sie auf **Stop Run** (Probelauf stoppen). Die folgende Meldung wird angezeigt:

   `Do you really want to stop the Auto Run? (Möchten Sie den automatischen Probelauf wirklich stoppen?)`

2. Drücken Sie auf **Yes** (Ja), um den Probelauf zu stoppen und zum Hauptmenü zurückzukehren.

4.8 Hinweise zu Probennahmen

Bei den verwendeten Probennahme- und Chromatographiemethoden muss unter Umständen die Konfiguration des Autosamplers geändert werden. In diesem Abschnitt sind folgende Themen enthalten:

- Einstellung der Temperaturregelung für den Probenraum
- Durchführung von Microbore- oder semi-präperativen Injektionen (weniger als 5 µL bzw. mehr als 250 µL)
- Injektionen von viskosen Proben
- Reinigung während eines automatischen Probelaufs
- Verwendung von gepufferten mobilen Phasen

4.8.1 Temperaturregelung

Das Heizungs-/Kühlungsmodul verfügt über eine Probenraum-Temperaturregelung von 4 bis 40 °C.

Umgebungsfaktoren

Die Umgebungstemperatur muss 16 bis 27 °C bei weniger als 80 % relativer Luftfeuchtigkeit betragen. Bei höheren Umgebungstemperaturen nimmt die Kühlleistung möglicherweise ab.

Hinweis: *Stellen Sie sicher, dass genügend Platz zur Entlüftung vorhanden ist (siehe Absatz 2.1, Standortanforderungen).*

So regeln Sie die Probenraumtemperatur:

1. Wenn Sie die Solltemperatur auf eine höhere Umgebungstemperatur einstellen, entfrosten Sie die Heizung/Kühlung, um zu verhindern, dass sich Feuchtigkeit im Innern des Probenraums bildet (siehe Absatz 5.1, Entfrostung der Heizung/Kühlung).
2. Stellen Sie die Probenraumtemperatur auf der Seite Configuration Page 2 (Konfigurationsseite 2) ein, indem Sie die in Abbildung 4-26 dargestellten Tasten drücken.

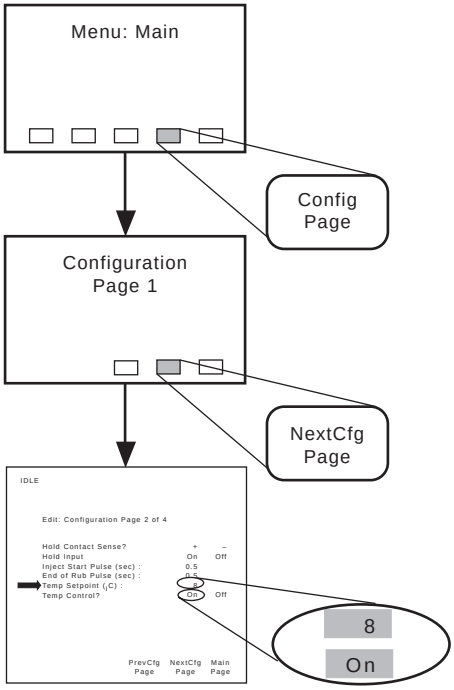


Abbildung 4-26 Einstellung der Probenraumtemperatur

3. Schließen Sie die Probenraumklappe.

   Hinweis: *Die Heizung/Kühlung schaltet sich aus, wenn die Klappe länger als 5 Minuten geöffnet ist.*

4. Warten Sie, bis der Probenraum die Solltemperatur erreicht hat. Es kann bis zu 90 Minuten dauern, bis die Heizung/Kühlung 4 °C bei einer Umgebungstemperatur von 27 °C erreicht.

4.8.2 Microbore- und semi-präperative Injektionen

Der Waters 717plus Autosampler kann physikalisch erneut konfiguriert werden, um Microbore- (< 5 µL) und semi-präperative Injektionen (> 150 µL) zu ermöglichen.

Durchführung von Microbore-Injektionen

So führen Sie Microbore-Injektionen durch:

1. Ersetzen Sie die 250 µL-Standardspritze mit einer 25 µL-Spritze (siehe Absatz 5.2, Austausch der Spritze).
2. Ändern Sie die Hardwarekonfiguration auf der Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3), indem Sie die in Abbildung 4-27 dargestellten Tasten drücken.

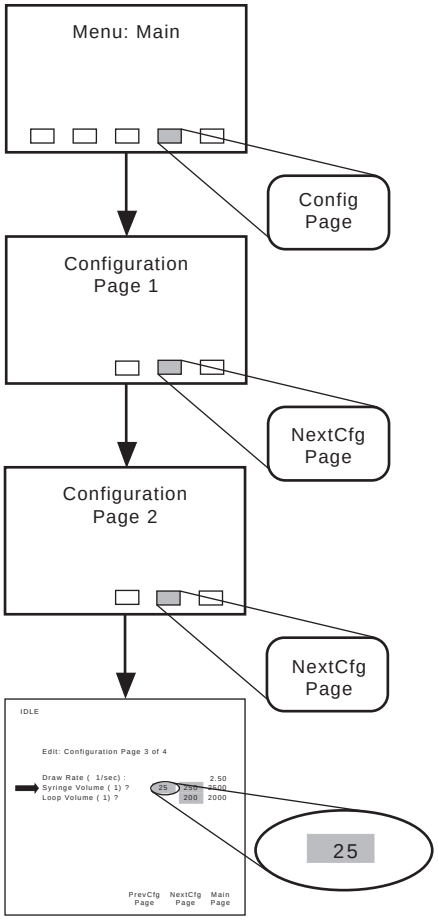


Abbildung 4-27 Änderung der Spritzenkonfiguration

3. Ändern Sie die Ansauggeschwindigkeit, wenn die Probenviskosität dies erfordert (Abbildung 4-29).
4. Laden Sie die Probe in eine Phiole mit geeigneter Größe (siehe Anhang D, Auswahl von Probenphiolen).

Durchführung von semi-präperativen Injektionen

Eine semi-präperative Chromatographie umfasst große Proben und hohe Fließgeschwindigkeiten.

So führen Sie semi-präperative Injektionen durch:

1. Zur Erhöhung des Probeninjektionsvolumens ersetzen Sie die 250 µL-Standardspritze mit einer 2500 µL-Spritze (Absatz 5.2, Austausch der Spritze).
2. Schließen Sie die zusätzliche Schleife an die Standardprobenschleife an (Absatz 2.6.3, Installation der großen Probenschleife).
3. Ändern Sie die Hardwarekonfiguration auf der Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3), indem Sie die in Abbildung 4-28 dargestellten Tasten drücken.

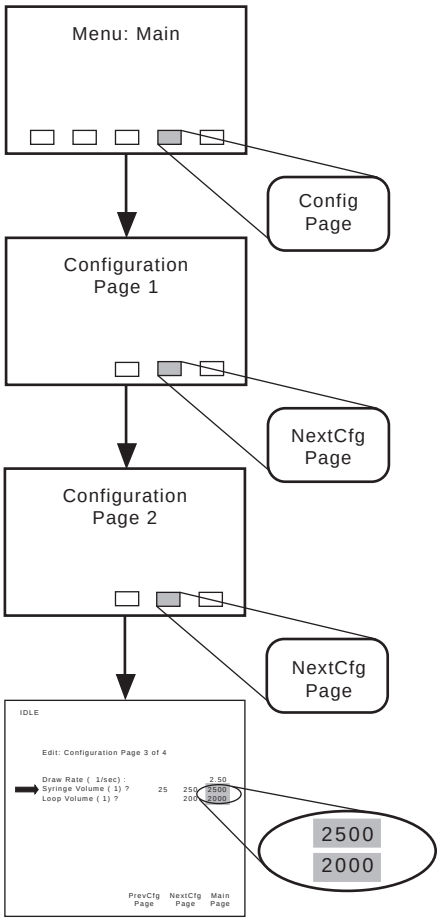


Abbildung 4-28 Eingabe der Konfigurationsparameter für semi-präperative Injektionen

4. Ändern Sie die Ansauggeschwindigkeit, wenn die Probenviskosität dies erfordert (Abbildung 4-29).
5. Laden Sie die Probe in eine Phiole mit geeigneter Größe (Absatz 4.2.2, Auswahl der Probenphiolen).

4.8.3 Injektionen von viskosen Proben

Wenn Sie die Ansauggeschwindigkeit der Probe reduzieren, wird die Injektionsgenauigkeit bei viskosen Proben verbessert. Der zulässige Bereich der Ansauggeschwindigkeit für verschiedene Spritzenvolumen wird in Tabelle 4-3 dargestellt.

Zum Ändern der Proben-Ansauggeschwindigkeit drücken Sie die in Abbildung 4-29 angegebenen Tasten.

Tabelle 4-3 Proben-Ansauggeschwindigkeit

Spritzenvolumen (µL)	**Ansauggeschwindigkeit (µL/sec)**
25	0,10 bis 0,50
250	1,00 bis 5,00
2500	10,00 bis 50,00

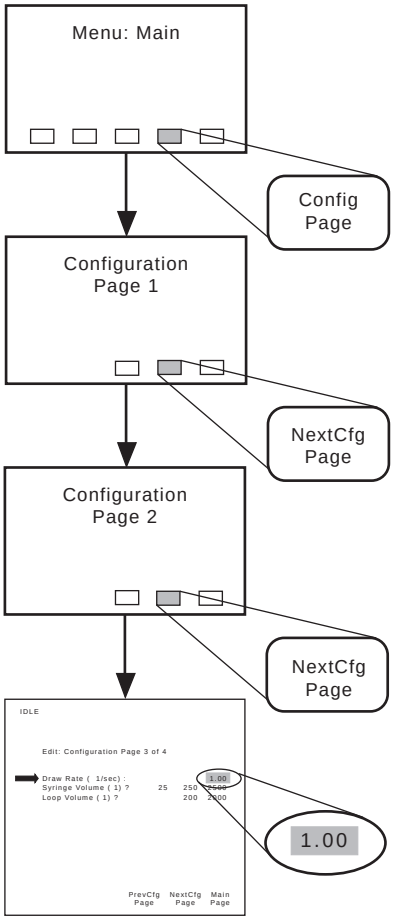


Abbildung 4-29 Einstellung der Proben-Ansauggeschwindigkeit

4.8.4 Reinigung während eines automatischen Probelaufs

Sie können in folgenden Fällen während eines Probelaufs eine automatische Reinigung durchführen:

- Zwischen den Methoden (Schritten), um zu gewährleisten, dass die mobile Phase frisch ist
- Vor der Ausführung von Standards

Bei aktivierter Kompressionsüberprüfung (siehe Absatz 4.5.3, Durchführung einer Kompressionsüberprüfung) können Sie den Autosampler so einstellen, dass die nächste Injektion gestoppt wird, wenn die Kompressionsüberprüfung fehlschlägt.

Aktivierung der automatischen Reinigung

Zur Aktivierung der automatischen Reinigung zwischen den Phiolensätzen geben Sie die Anzahl der Phiolen zwischen den Reinigungen ein (Abbildung 4-30).

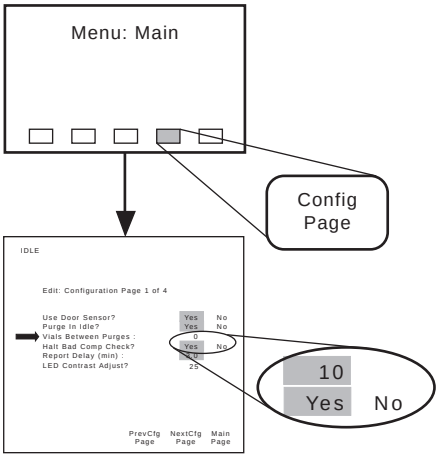


Abbildung 4-30 Aktivierung der automatischen Reinigung

Aktivierung der Funktion Halt on Bad Compression Check (Anhalten bei fehlgeschlagener Kompressionsüberprüfung)

So stoppen Sie die nächste Injektion, wenn die Kompressionsüberprüfung für die mobile Phase fehlschlägt:

1. Vergewissern Sie sich, dass die Kompressionsüberprüfung aktiviert ist (Absatz 4.5.3, Durchführung einer Kompressionsüberprüfung).
2. Wählen Sie mit den Pfeiltasten **Yes** (Ja) für die Funktion Halt on Bad Compression Check (Anhalten bei fehlgeschlagener Kompressionsüberprüfung) aus (Abbildung 4-30).

4.8.5 Verwendung der gepufferten mobilen Phase

Bei der Verwendung von gepufferten mobilen Phasen beachten Sie Folgendes:

- Ersetzen Sie keine gepufferten wasserhaltigen Lösungen plötzlich mit organischen Lösungsmitteln.
- Lassen Sie die gepufferte mobile Phase nicht im System. Halten Sie immer einen minimalen Fluss bei.

- Aktivieren Sie den Modus Purge in Idle (Im Leerlauf reinigen) während des bedienerunabhängigen Betriebs.
- Entfernen Sie die mobile Phase vor dem Ausschalten des Systems (siehe Absatz 3.8, Ausschalten und Lagerung).

Hinweis: *Programmieren Sie die Pumpe so, dass ein minimaler Fluss nach dem letzten Probelauf beibehalten wird, um Beschädigungen der LC-Komponenten zu verhindern.*

Purge In Idle (Im Leerlauf reinigen)

Aktivieren Sie während der bedienerunabhängigen Probeläufe (über Nacht) mit gepufferten mobilen Phasen den Modus Purge In Idle (Im Leerlauf reinigen), um die Ansammlung von Puffern im Autosampler zu verhindern.

Zur Aktivierung des Modus Purge In Idle drücken Sie die in Abbildung 4-31 dargestellten Tasten.

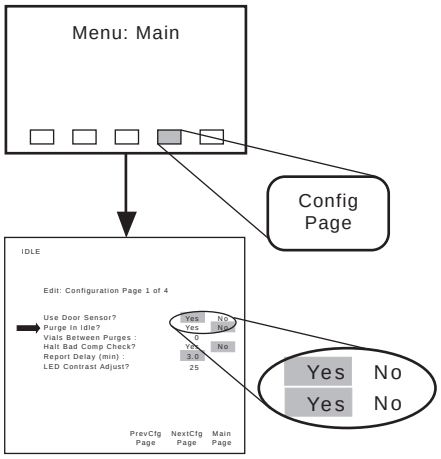


Abbildung 4-31 Aktivierung des Modus Purge In Idle

Entfernung der gepufferten mobilen Phase

Bevor Sie eine gepufferte mobile Phase mit einer anderen mobilen Phase ersetzen, müssen Sie folgende Schritte ausführen:

1. Ersetzen Sie die gepufferte mobile Phase mit einer Lösung aus 100 % Wasser und spülen Sie das Probennahmesystem für 10 Minuten mit einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL/min.

2. Führen Sie drei Reinigungen aus, um zu gewährleisten, dass die Spritze sorgfältig gereinigt wurde (Absatz 3.4.1, Reinigung des Autosamplers).

Achtung: *Lassen Sie nicht 100 prozentiges Wasser im Autosampler, um eine Bakterienvermehrung zu vermeiden (siehe Absatz 3.8, Ausschalten und Lagerung).*

Kapitel 5
Wartung

In diesem Kapitel wird die Wartung des 717plus Autosamplers beschrieben. Hier werden die Schritte zum Entfrosten der Heizung/Kühlung und zum Austauschen der Spritze, des Seal Pak und der Inline-Filter erläutert.

5.1 Entfrostung der Heizung/Kühlung

Zeitpunkt der Entfrostung

Wenn die Heizung/Kühlung die niedrigste Solltemperatur bei empfohlenen Umgebungsbedingungen (16 bis 27 °C bei 80 % relativer Luftfeuchtigkeit) nicht erreicht, entfrosten Sie die Probenraumheizung/-kühlung.

Hinweis: *Achten Sie darauf, dass ausreichend Platz zur Entlüftung vorhanden ist (siehe Absatz 2.1, Standortanforderungen).*

Entfrostung der Heizung/Kühlung

So entfrosten Sie die Heizung/Kühlung:

1. Drücken Sie die in Abbildung 5-1 angegebenen Tasten.
2. Öffnen Sie die Probenraumklappe. Der Entfrostungszyklus dauert 60 Minuten.

Hinweis: *Wenn Sie den Entfrostungszyklus vor der programmierten Ablaufzeit stoppen möchten, drücken Sie auf* ***Stop Defrost*** *(Entfrostung stoppen).*

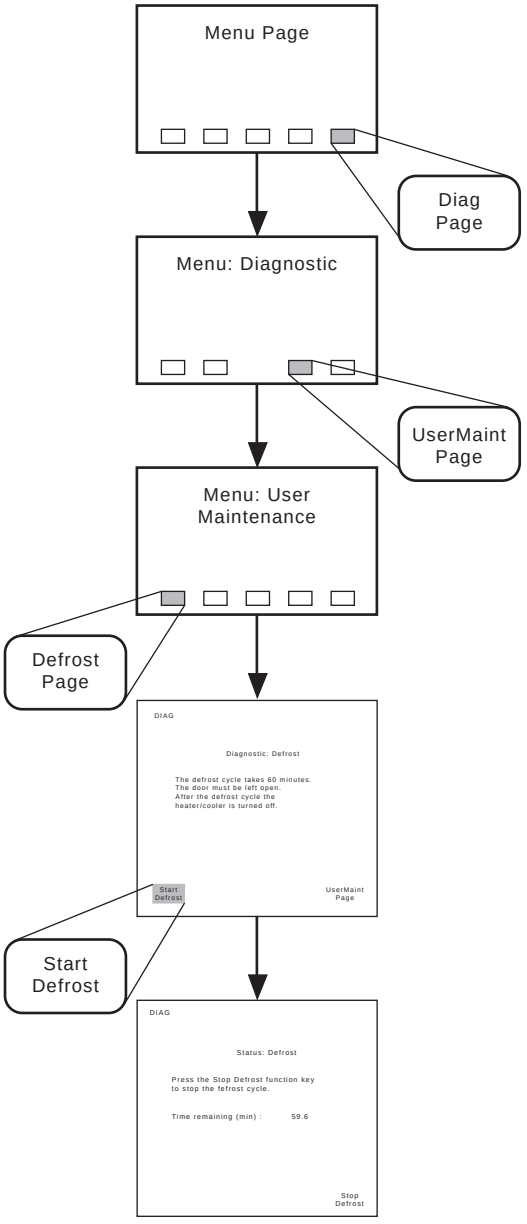


Abbildung 5-1 Flussdiagramm für Menü Defrost (Entfrostung)

5.2 Austausch der Spritze

Tauschen Sie die Spritze in den folgenden Fällen aus:

- Die Kolbenspitze ist abgenutzt.
- Sie möchten die optionalen 25 oder 2500 µL-Spritzen verwenden.

Achtung: *Verwenden Sie nur von Waters genehmigte Spritzen für den Autosampler (entsprechende Bestellinformationen entnehmen Sie Anhang B). Nicht genehmigte Spritzen können zu fehlerhaften Ergebnissen führen und/oder die erforderlichen Sicherheitsstandards nicht erfüllen.*

Der Austausch der Spritze umfasst die folgenden Schritte:

- Entfernung der Spritze
- Installation der neuen Spritze
- Manuelle Reinigung der Spritze

5.2.1 Entfernung der Spritze

Zum Entfernen der Spritze gehören die folgenden Schritte:

- Freigabe des Kolbens
- Absenkung der Spritzenhalterung
- Losschrauben der Spritze

Freigabe des Kolbens

So geben Sie den Kolben frei:

1. Stellen Sie die Pumpenfließgeschwindigkeit auf 0 mL/min ein.
2. Heben Sie die Kunststoffabdeckung des Spritzenraums an und entfernen Sie sie.
3. Entfernen Sie die Rändelmutter, mit der der Kolben an der Spritzenführungshalterung befestigt ist (Abbildung 5-2).

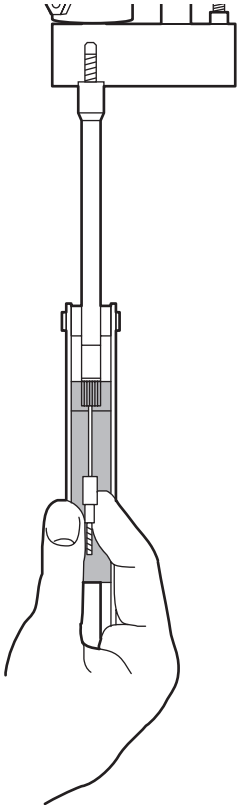


Abbildung 5-2 Komponenten der Spritze

Absenkung der Halterung

So senken Sie die Befestigungshalterung ab:

1. Senken Sie die Halterung ab, indem Sie die in Abbildung 5-3 angegebenen Tasten drücken.

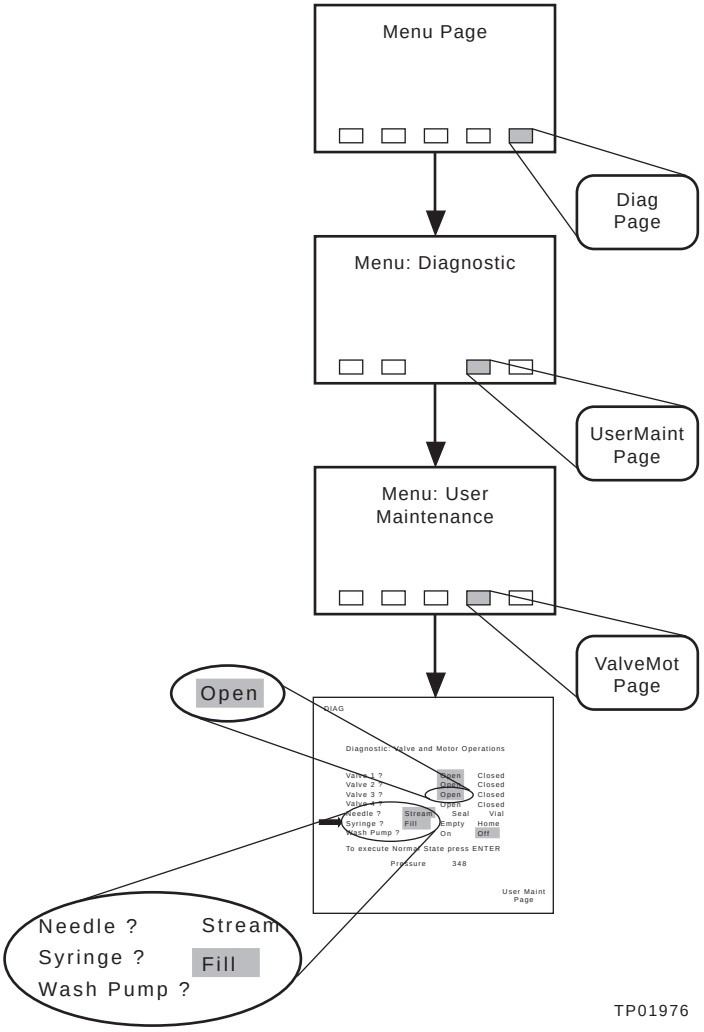


Abbildung 5-3 Positionierung der Spritze zum Entfernen

2. Verwenden Sie die Pfeiltasten auf der 717plus Autosampler Tastatur, um zum Feld Valve 3 (Ventil 3) zu wechseln. Markieren Sie den Eintrag **Open** (Geöffnet) und drücken Sie auf **Enter**.
3. Wechseln Sie mit den Pfeiltasten zum Feld Syringe (Spritze). Markieren Sie den Eintrag **Fill** (Füllen) und drücken Sie auf **Enter**.
4. Bei entfernter Rändelmutter bleibt die Kolbenspitze oben, während die Befestigungshalterung abgesenkt wird.

Entfernung der Spritze

Wenn die Halterung abgesenkt wird, lösen Sie die Spritze vom Befestigungsblock wie folgt:

1. Fassen Sie den Spritzenzylinder nahe am Befestigungsblock an.
2. Drehen Sie die Spritze gegen den Uhrzeigersinn, bis sie vom Befestigungsblock freigegeben wird.

5.2.2 Installation der neuen Spritze

Die Installation einer neuen Spritze umfasst Folgendes:

- Anschluss und Initialisierung der Spritze
- Änderung der Konfigurationsparameter, wenn eine Spritze in einer anderen Größe installiert wird

Anschluss und Initialisierung der Spritze

So schließen Sie die Spritze an und initialisieren sie:

1. Schrauben Sie die neue Spritze teilweise in den Befestigungsblock (Abbildung 5-4). Ziehen Sie sie nicht fest.

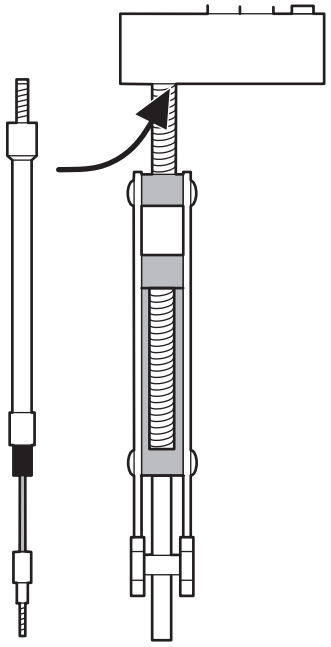


Abbildung 5-4 Installation der Spritze

2. Achten Sie darauf, dass die Ausrichtung des Kolbens mit der Spritze beibehalten wird, während Sie den Kolben so weit herunterschieben, bis das Gewindeende durch die Führungshalterung der Spritze gleitet.
3. Ziehen Sie die Spritze handfest an.
4. Verwenden Sie die Pfeiltasten auf der 717plus Autosampler Tastatur, um zum Feld Syringe (Spritze) zu wechseln. Markieren Sie den Eintrag **Empty** (Leer) und drücken Sie auf **Enter**. Der Befestigungsblock bewegt sich nach oben, so dass Sie die Rändelmutter anbringen können.
5. Bringen Sie die Rändelmutter an.
6. Zum Zurücksetzen der Anzeige Valve and Motor Operations (Ventil- und Motorbetrieb) in die ursprüngliche Einstellung bewegen Sie den Bildschirmpfeil auf das Feld

   `To execute Normal State press Enter. (Zum Ausführen der normalen Einstellungen drücken Sie die Eingabetaste.)`

   und drücken Sie dann auf **Enter**.

7. Um zum Hauptmenü zurückzukehren, drücken Sie auf **UserMaint Page** (Anwenderwartungsseite), **Diag Page** (Diagnoseseite) und **Main Page** (Hauptseite).

Änderung der Konfigurationsparameter

Wenn die Ersatzspritze eine andere Größe hat, ändern Sie das Spritzenvolumen in der Seite Configuration Page 3 (Konfigurationsseite 3).

Standard	Optional
250 µL	25 µL oder 2,5 mL

So ändern Sie die Spritzenvolumenparameter:

1. Öffnen Sie die Seite Configuration Page 3, indem Sie die in Abbildung 5-5 angegebenen Tasten drücken.

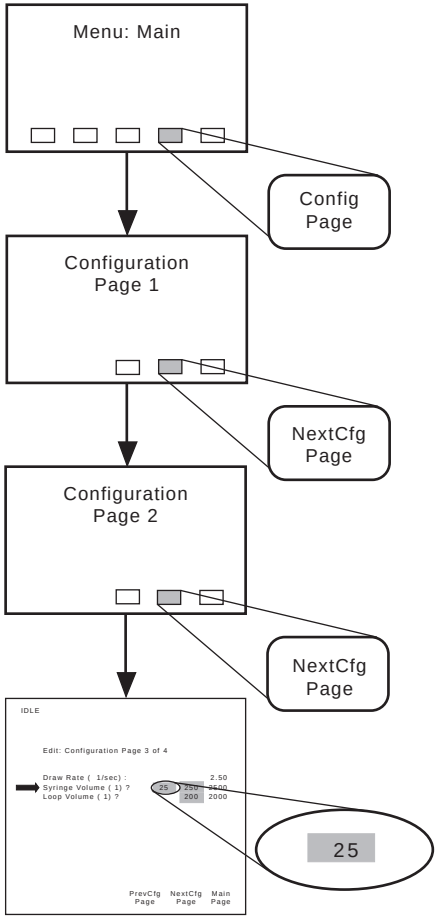


Abbildung 5-5 Änderung des Spritzenvolumens

2. Wechseln Sie mit den Pfeiltasten zum Feld Syringe Volume (Spritzenvolumen). Markieren Sie das geeignete Volumen und drücken Sie auf **Enter**.

Reinigung der Spritze

Reinigen Sie den Autosampler mindestens dreimal, um zu gewährleisten, dass sich keine Bläschen in der Spritze befinden.

So reinigen Sie die Spritze:

1. Stellen Sie die Pumpenfließgeschwindigkeit auf 1 mL/min ein.
2. Drücken Sie im Hauptmenü auf **Purge Page** (Seite für Reinigung).

3. Drücken Sie dann auf **Start Purge** (Reinigung starten).
4. Wiederholen Sie die Reinigung mindestens dreimal.
5. Wenn durch die dreifache Reinigung die Bläschen nicht aus der Spritze entfernt werden können, führen Sie eine manuelle Reinigung durch (Absatz 1.4.1, Manuelle Reinigung der Spritze).

5.3 Austausch des Seal Pak

Tauschen Sie den Seal Pak in folgenden Fällen aus:

- Verunreinigungspeaks treten auf.
- Die Dichtungen sind undicht.

Hinweis: *Die Nadel und der Seal Pak müssen immer gleichzeitig ausgetauscht werden.*

Zu den Schritten zum Austauschen der Nadel und des Seal Pak gehören folgende:

- Entfernung des Injektors
- Entfernung des Seal Pak
- Austausch der Nadel
- Installation eines neuen Seal Pak
- Installation des Injektors
- Kalibration des neuen Seal Pak

Erforderliche Werkzeuge

Sie benötigen die folgenden Werkzeuge:

- Einen T10 Torx® Schraubenschlüssel
- Einen T20 Torx Schraubenschlüssel
- Zwei 8 mm (5/16 in.)-Schraubenschlüssel
- Einen langen Schraubenzieher

5.3.1 Entfernung des Injektors

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, öffnen Sie niemals die Abdeckung der Stromversorgung. Die Stromversorgung enthält keine Komponenten, die vom Anwender gewartet werden können.*

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Autosampler Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die folgenden Schritte ausführen.*

So entfernen Sie den Injektor:

1. Schalten Sie das Gerät aus und ziehen Sie das Stromkabel von der Rückseite ab.
2. Nehmen Sie die Autosampler Abdeckung ab (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung).
3. Lösen Sie mit Hilfe eines T20 Torx Schraubenschlüssels die zwei Schrauben, mit denen der Sicherheitsschutz des Injektors befestigt ist. Die Schrauben befinden sich oben auf dem Sicherheitsschutz. Entfernen Sie den Sicherheitsschutz des Injektors.
4. Ziehen Sie die Injektormotor- und Sensorkabel von der Hauptplatine ab.
5. Ziehen Sie die Flüssigkeitsleitungen auf der Einlassseite der zwei Inline-Filter ab (Abbildung 5-9).
6. Ziehen Sie die zwei Nadelspülleitungen von der rechten Seite des Injektors ab (Abbildung 5-6).

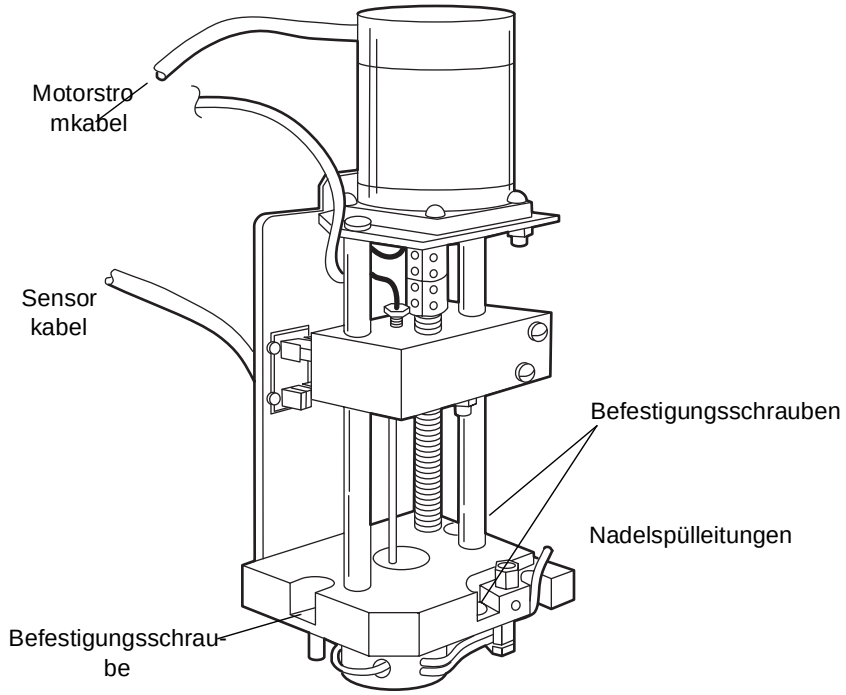


Abbildung 5-6 Ausbau des Injektors (ohne Sicherheitsschutz abgebildet)

7. Lösen Sie mit dem langen Schraubenzieher die drei Befestigungsschrauben, die den Injektor auf der Grundplatte des Probenraums sichern (Abbildung 5-6).
8. Legen Sie den Injektor vorsichtig auf die Seite.

5.3.2 Entfernung des Seal Pak

So entfernen Sie den Seal Pak:

1. Ziehen Sie den Schlauch vom Verbindungsstück auf der Seite der Befestigungsplatte ab.
2. Ziehen Sie die Nadelspülleitungen vom Seal Pak ab.
3. Lösen Sie mit einem T10 Torx Schraubenschlüssel die vier Schrauben, mit denen der Seal Pak auf der Grundplatte des Injektors befestigt ist (Abbildung 5-7).

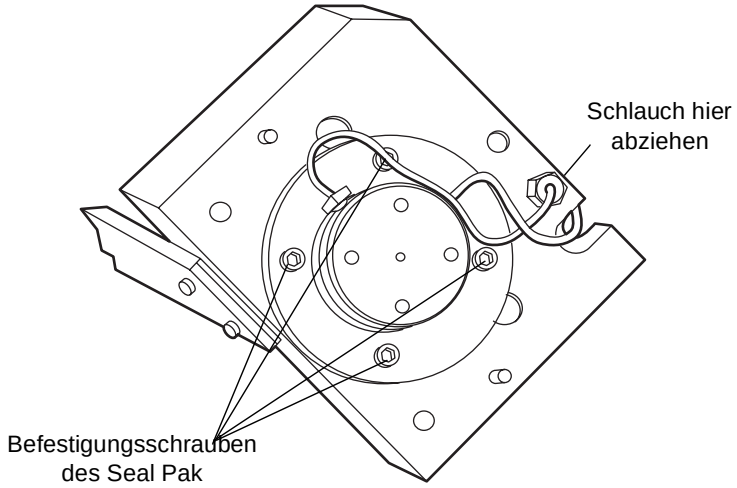


Abbildung 5-7 Sicht auf die Unterseite des Injektors

4. Ziehen Sie den Seal Pak aus dem Injektor.

5.3.3 Austausch der Nadel

So tauschen Sie die Nadel aus:

1. Lösen Sie die Kompressionsschraube auf der Nadel (Abbildung 5-8).

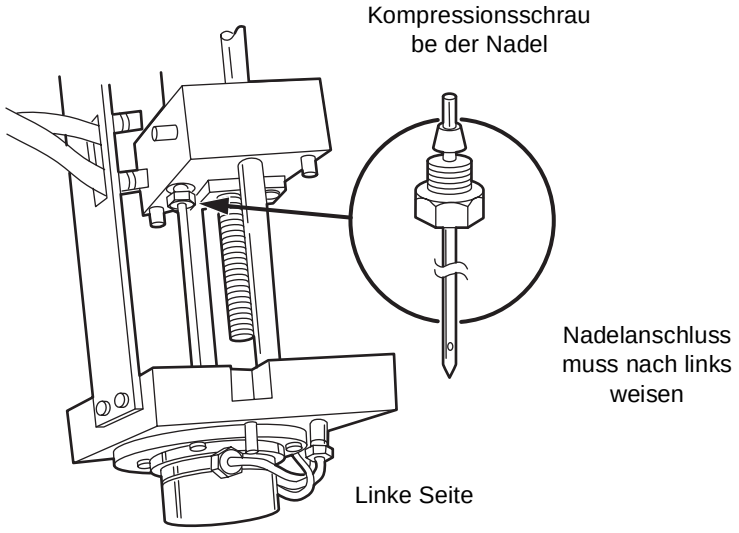


Abbildung 5-8 Entfernung der Nadel

2. Ziehen Sie die Nadel nach unten.
3. Drehen Sie die Motorantriebswelle, bis sich der Nadelbefestigungsblock in der höchstmöglichen Position befindet.
4. Richten Sie den Nadelanschluss zur linken Seite des Injektors aus (Abbildung 5-8). Identifizieren Sie die linke Seite des Injektors anhand der Positionssensoren auf der Halterung.

   STOP ***Achtung:*** *Halten Sie die Nadel nur am oberen Ende fest (nicht am Nadelanschluss). Verwenden Sie ein sauberes Tuch und 100 prozentiges Methanol, um die Nadel nach der Installation zu reinigen.*

5. Schieben Sie die Kompressionsschraube und die Zwinge auf das Ende der Nadel.
6. Drücken Sie die Nadel in den Befestigungsblock, bis sie fest sitzt. Ziehen Sie die Kompressionsschraube handfest an.
7. Überprüfen Sie die Ausrichtung des Nadelanschlusses. Stellen Sie sicher, dass der Nadelanschluss weiterhin zur linken Seite des Injektors weist, und ziehen Sie die Kompressionsschraube mit dem 8 mm (5/16 in.)-Schraubenschlüssel nur eine 1/4-Umdrehung an.

5.3.4 Installation eines neuen Seal Pak

So installieren Sie den neuen Seal Pak:

1. Feuchten Sie die Dichtung mit einer Lösung aus $MeOH/H_2O$ an.
2. Schieben Sie den Seal Pak über das Nadelende und befestigen Sie ihn mit den vier Schrauben auf der Grundplatte des Injektors.
3. Schließen Sie die Auslassleitung des Verbindungsstückfittings an den Anschluss auf der linken Seite an. Ziehen Sie die Verbindungen 1/4-Umdrehung fest, nachdem Sie sie fingerfest angezogen haben.
4. Schließen Sie die Einlassleitung (mit dem Inline-Filter) an den Anschluss auf der rechten Seite an. Ziehen Sie die Verbindungen 1/4-Umdrehung fest, nachdem Sie sie fingerfest angezogen haben.
5. Schließen Sie die Nadelspülleitungen an.

5.3.5 Installation des Injektors

So installieren Sie den Injektor:

1. Senken Sie den Injektor auf die Grundplatte ab und bringen Sie die Führungsstifte an.

   Achtung: *Stellen Sie sicher, dass die Nadelspülleitungen zwischen dem Injektor und der Grundplatte nicht eingeklemmt sind.*

2. Bringen Sie den Injektor auf der Grundplatte des Probenraums an, indem Sie die drei Befestigungsschrauben festziehen.
3. Schließen Sie die zwei Nadelspülleitungen an.
4. Schließen Sie die Auslassleitung (rote Leitung) an das Verbindungsstück auf der Grundplatte des Injektors an.
5. Schließen Sie das Drosselventil an den Inline-Filter an.
6. Bringen Sie mit dem T20 Torx Schraubenschlüssel die zwei Schrauben wieder an, mit dem der Sicherheitsschutz des Injektors befestigt ist.

   Vorsicht: *Bringen Sie den Sicherheitsschutz immer erst nach der Installation des Injektors an, damit Sie sich nicht die Finger einklemmen.*

5.3.6 Kalibration des Seal Pak

Der Ersatz-Seal Pak muss nach der Installation kalibriert werden.

Die Kalibration des Seal Pak umfasst die folgenden Schritte:

- Reinigung des Autosamplers
- Automatische Nulleinstellung des Transducers
- Kalibration des Seal Pak

Weitere Informationen hierzu finden Sie unter Absatz 3.4, Kalibration des Seal Pak.

5.4 Austausch der Inline-Filter

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, schalten Sie das Gerät aus und ziehen Sie das Stromkabel ab, bevor Sie die folgenden Schritte ausführen.*

Vorsicht: *Tragen Sie eine Schutzbrille zum Durchführen dieses Verfahrens.*

Tauschen Sie gegebenenfalls die Inline-Filter aus, wenn der Injektor einen hohen Gegendruck aufweist.

Erforderliche Werkzeuge:

- Zwei 15 mm (5/8 in.)-Maulschlüssel
- Einen 8 mm (5/16 in.)-Schraubenschlüssel

So tauschen Sie die Inline-Filter aus:

1. Stellen Sie die Pumpenfließgeschwindigkeit auf 0 mL/min ein.
2. Entfernen Sie die Autosampler Abdeckung und suchen Sie die Inline-Filter (Abbildung 5-9).

   Hinweis: *Anweisungen zum Entfernen der 717plus Autosampler Abdeckung finden Sie unter Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung.*

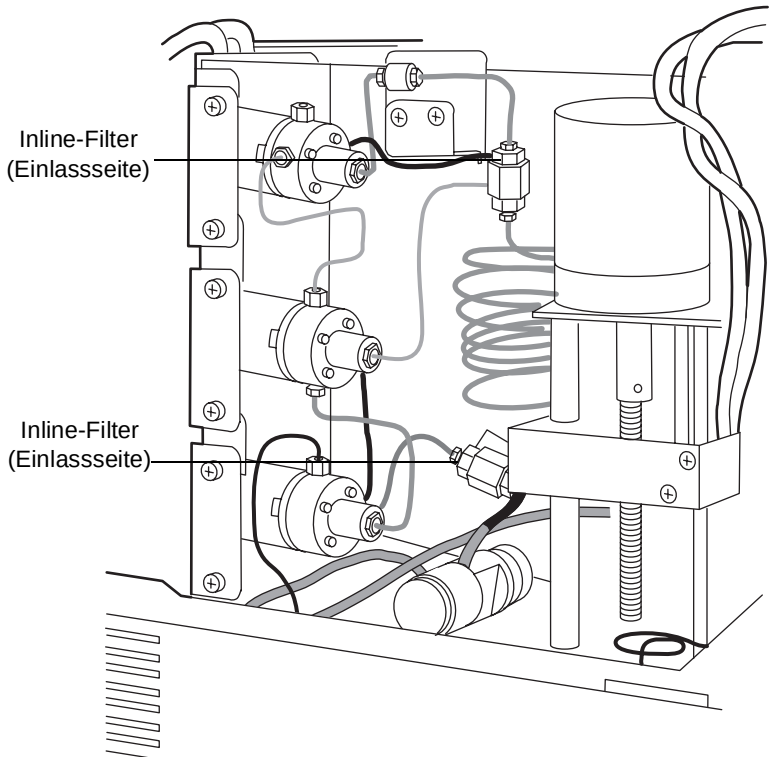


Abbildung 5-9 Position der Inline-Filter

3. Halten Sie den Inline-Filter mit dem 15 mm (5/8 in.)-Maulschlüssel fest und lösen Sie die zwei Kompressionsschrauben mit dem 8 mm (5/16 in.)-Schraubenschlüssel.
4. Wiederholen Sie Schritt 2 für den anderen Inline-Filter.
5. Bauen Sie jeden Filter mithilfe der zwei 15 mm (5/8 in.)-Maulschlüssel aus.
6. Reinigen Sie die Inline-Filtergehäuse mit Methanol.
7. Bauen Sie die Inline-Filter mit jeweils einem neuen Filtereinsatz ein (Abbildung 5-10).

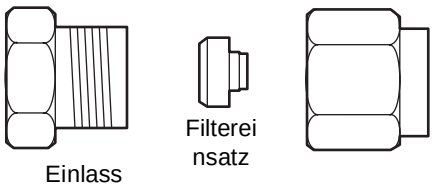


Abbildung 5-10 Zusammenbau der Inline-Filter

8. Bringen Sie die zusammengebauten Inline-Filter an, wie in Abbildung 5-9 dargestellt.
9. Schließen Sie das Stromkabel wieder an und schalten Sie den Autosampler ein.
10. Spülen Sie den Autosampler für 10 Minuten bei einer Fließgeschwindigkeit von 1 mL/min.
11. Überprüfen Sie die Inline-Filter auf undichte Stellen und ziehen Sie sie gegebenenfalls eine 1/4-Umdrehung an.
12. Bringen Sie die Autosampler Abdeckung wieder an (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung).

Kapitel 6 Störungssuche und -beseitigung

In diesem Kapitel wird die Störungssuche und -beseitigung des 717plus Autosamplers mit Hilfe von Anwenderdiagnosen und Fehlermeldungen beschrieben.

6.1 Sicherheit und Bedienung des Instruments

Bei der Störungssuche und -beseitigung der Instrumente beachten Sie die folgenden Sicherheitshinweise:

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die Abdeckung abnehmen und das Instrument untersuchen.*

Vorsicht: *Halten Sie sich bei der Störungssuche und -beseitigung an die üblichen Sicherheitsvorkehrungen. Sie sollten die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Lösungsmittel kennen. Ziehen Sie die dazugehörigen Materialsicherheitsdatenblätter zu Rate.*

- Verwenden Sie beim Umgang mit integrierten Platinen eine anti-statische Matte und tragen Sie ein anti-statisches Armband, um die Komponenten vor überschüssiger statischer Ladung zu schützen und Beschädigungen der Platine zu verhindern.
- Berühren Sie keine integrierten Chips auf der Platine oder anderen Komponenten, für die keine speziellen manuellen Einstellungen erforderlich sind.

Bei Anruf

Wenn Sie eine Störung mit Hilfe der Verfahren in diesem Kapitel nicht beheben können, wenden Sie sich an Waters. Kunden in Deutschland sollten sich an unseren technischen Kundendienst unter der Telefonnummer *0049/6196/400-600* wenden. Für Kunden in Österreich gilt die Nummer 0043/1/8771807 und für Kunden in der Schweiz gilt die Nummer 0041/62/8892030. Alle anderen Kunden sollten sich an ihre örtliche Waters

Filiale oder an die Hauptstelle der Firma Waters unter der Telefonnummer 001/800/478-4752 (USA) wenden.

Um den Service zu beschleunigen, halten Sie bei Ihrem Anruf die folgenden Informationen bereit:

1. Art der Probleme
2. Seriennummer des Autosamplers
3. Typ- und Modellnummer der Pumpe (einfaches oder mehrfache Lösungsmittel)
4. Fließgeschwindigkeit
5. Betriebsdruck
6. Mobile Phase(n)
7. Typ- und Modellnummer des Detektors (UV, RI, Fluoreszenz, Leitfähigkeit, elektrochemische Verfahren)
8. Einstellungen des Detektors (Wellenlänge, Empfindlichkeit, usw.)
9. Typ- und Seriennummer der Säule
10. Probenmatrix und Komponenten
11. Datensystem
12. Softwareversion (gegebenenfalls)

6.2 Fehlermeldungen

In diesem Kapitel werden die Fehlermeldungen des Waters 717plus Autosamplers beschrieben.

Die sechs Fehlermeldungstypen bieten Informationen zu den Autosampler Komponenten und Untersystemen (Tabelle 6-1).

Tabelle 6-1 Fehlermeldungstyp

Typ	Präfix	Zweck
Information	Leer oder Warnung	Weist den Bediener auf falsche Parameter oder fehlerhaften Betrieb hin.
Kalibration	Error CAL	Identifiziert Probleme bei der Kalibration des Seal Pak des Injektors.

Tabelle 6-1 Fehlermeldungstyp (Fortsetzung)

Typ	Präfix	Zweck
Karussell	Error CAR	Weist auf fehlerhaften Betrieb des Karussells, Karusselllesers oder Karussellantriebs hin.
Heizung/Kühlung	Error H/C	Weist auf Störungen des Heizungs-/Kühlungsmoduls hin.
Injektor	Error INJ	Identifiziert Störungen des Injektor-Positionssensors.
Spritze	Error SYR	Identifiziert Störungen des Spritzen-Positionssensors.

Löschung von Fehlermeldungen

So löschen Sie Fehlermeldungen:

- Drücken Sie auf **Clear** (Löschen) auf der Tastatur.
- Korrigieren Sie die Fehlerquelle.

6.2.1 Fehlermeldungen zur Information

Fehlermeldungen zur Information weisen den Bediener auf falsche Parameter oder fehlerhaften Betrieb hin (Tabelle 6-2).

Tabelle 6-2 Fehlermeldungen zur Information

Fehlermeldung	Lösung
Cannot prg (purge) while initializing (Während Initialisierung keine Reinigung möglich)	Drücken Sie auf **Clear** (Löschen) und warten Sie, bis die Initialisierung beendet ist.
Cannot run stat while purging (Während Reinigung kein statischer Probelauf möglich)	Drücken Sie auf **Clear** und warten Sie, bis die Reinigung beendet ist.
Inject volume exceeds loop vol (volume) (Injiziertes Volumen überschreitet Schleifenvolumen)	Drücken Sie auf **Clear** und installieren Sie die zusätzliche Schleife für Volumen über 200 µL.
Power fail interrupted run (Stromausfall hat Probelauf unterbrochen)	Drücken Sie auf **Clear** und programmieren Sie die Tabelle für den automatischen Probelauf erneut.

Tabelle 6-2 Fehlermeldungen zur Information (Fortsetzung)

Fehlermeldung	Lösung
Vial exceeds carousel size (Phiole überschreitet Karussellgröße)	Drücken Sie auf **Clear**, überprüfen Sie die Karussellgröße und geben Sie die Phiolennummer erneut ein.

6.2.2 Fehlermeldungen zur Kalibration (CAL)

Die meisten Fehlermeldungen zur Kalibration treten während der Kalibration des Seal Pak auf (Tabelle 6-3).

Tabelle 6-3 CAL-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
CAL: Could not find bottom sensor (Unterer Sensor kann nicht gefunden werden)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Could not find upper seal (Obere Dichtung kann nicht gefunden werden)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Pressure above 750 psi (Druck liegt über 750 psi)	Reduzieren Sie den Pumpendruck (400 bis 600 psi), führen Sie eine erneute Kalibration durch.
CAL: Pressure below 400 psi (Druck liegt unter 400 psi)	Erhöhen Sie den Pumpendruck (400 bis 600 psi), führen Sie eine erneute Kalibration durch.
CAL: Seal width too narrow (Dichtungsbreite zu eng)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Seal width too wide (Dichtungsbreite zu groß)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Top sensor too high (Oberer Sensor zu hoch)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Top sensor too low (Oberer Sensor zu niedrig)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch, wenden Sie sich an Waters.
CAL: Transducer pressure too high (Transducer-Druck zu hoch)	Führen Sie vor der erneuten Kalibration eine automatische Nulleinstellung des Transducers durch.

Tabelle 6-3 CAL-Fehlermeldungen (Fortsetzung)

Fehlermeldung	Lösung
CAL: Transducer pressure too low (Transducer-Druck zu niedrig)	Führen Sie vor der erneuten Kalibration eine automatische Nulleinstellung des Transducers durch.
CAL: User aborted calibration (Anwender hat Kalibration abgebrochen)	Führen Sie eine erneute Kalibration durch.

6.2.3 Fehlermeldungen zum Karussell (CAR)

Karussellfehler (Tabelle 6-4) sind unter Umständen auf die Verwendung von unsauberen oder falschen Karussells zurückzuführen.

Achtung: *Verwenden Sie nur die grauen Karussells von Waters. Der Waters 717plus Autosampler kann nicht mit den weißen oder braunen WISP Karussells betrieben werden.*

Behebung von Karussellfehlern

So löschen Sie Karussell-Fehlermeldungen:

1. Drücken Sie auf **Clear** (Löschen).
2. Öffnen Sie die Probenraumklappe und nehmen Sie das Karussell heraus.
3. Reinigen Sie das Karussell.
4. Setzen Sie das saubere Karussell wieder ein oder verwenden Sie ein anderes Waters Karussell (nur grau).
5. Wenn die Karussell-Fehlermeldung weiterhin angezeigt wird, wenden Sie sich an Waters.

Tabelle 6-4 CAR-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
CAR: Both carousel lift sensors on (Beide Karussellhubsensoren aktiviert)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
CAR: Cannot run with door open (Probelauf bei geöffneter Klappe nicht möglich)	Schließen Sie die Klappe.
CAR: Carousel homing deviation (Fehlerhafte Startposition des Karussells)	Führen Sie das obige Verfahren zum Beheben von Karussellfehlern aus.

Tabelle 6-4 CAR-Fehlermeldungen (Fortsetzung)

Fehlermeldung	Lösung
CAR: Could not engage carousel (Karussell konnte nicht eingerastet werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
CAR: Could not maintain position (Position konnte nicht aufrechterhalten werden)	Führen Sie das obige Verfahren zum Beheben von Karussellfehlern aus.
CAR: Could not position CAR (carousel) lift (Karussellhub konnte nicht positioniert werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
CAR: Could not position carousel (Karussell konnte nicht positioniert werden)	Führen Sie das obige Verfahren zum Beheben von Karussellfehlern aus.
CAR: Could not position to vial (Positionierung auf Phiole nicht möglich)	Führen Sie das obige Verfahren zum Beheben von Karussellfehlern aus.
CAR: Lift not active in purge mode (Hub im Reinigungsmodus nicht aktiv)	Warten Sie, bis der Reinigungszyklus vollständig durchlaufen wurde, bevor Sie das Karussell entfernen.

6.2.4 Fehlermeldungen zur Heizung/Kühlung (H/C)

Tabelle 6-5 H/C-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
H/C: Door open time exceeded limit (Zeit, die die Klappe geöffnet ist, wurde überschritten)	Schließen Sie die Klappe und warten Sie, bis der Probenraum ausgeglichen wurde.
H/C: High temp limit exceeded (Grenzwert der hohen Temperatur überschritten)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
H/C: Internal fan failure (Ausfall des internen Ventilators)	Wenden Sie sich an Waters.
H/C: Low temp limit exceeded (Grenzwert der niedrigen Temperatur überschritten)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
H/C: Temp (temperature) control has a fault (Temperaturregelung ist fehlerhaft)	Wenden Sie sich an Waters.
H/C: User aborted defrost cycle (Anwender hat Entfrostungszyklus abgebrochen)	Informationsmeldung, fahren Sie mit der Probennahme fort.

6.2.5 Fehlermeldungen zum Injektor (INJ)

Tabelle 6-6 INJ-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
INJ: Both injector sensors on (Beide Injektorsensoren aktiviert)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
INJ: Bottom sensor active (Unterer Sensor aktiv)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
INJ: Compressibility exceeds limit (Komprimierbarkeit hat Grenzwert überschritten)	Entgasen Sie die mobile Phase. Wenn der Komprimierbarkeitstest für die entgaste mobile Phase fehlschlägt, führen Sie einen Test auf undichte Stellen durch (Absatz 6.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen).
INJ: Could not find bottom sensor (Unterer Sensor konnte nicht gefunden werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.

Tabelle 6-6 INJ-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
INJ: Could not find top sensor (Oberer Sensor konnte nicht gefunden werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
INJ: Could not position needle (Nadel konnte nicht positioniert werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
INJ: Injector seals are not calibrated (Injektordichtungen sind nicht kalibriert)	Kalibrieren Sie den Seal Pak (Absatz 3.4.3, Kalibration des Seal Pak).
INJ: Pressure inc. (increase) on comp (compression) check (Druckerhöhung bei Kompressionsüberprüfung)	Führen Sie einen Test auf undichte Stellen durch (Absatz 6.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen).
INJ: Top sensor active (Oberer Sensor aktiv)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.

6.2.6 Fehlermeldungen zur Spritze (SYR)

Tabelle 6-7 SYR-Fehlermeldungen

Fehlermeldung	Lösung
SYR: Both syringe sensors on (Beide Spritzensensoren aktiviert)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
SYR: Cannot move with v2 and v3 closed (Bewegung mit geschlossenem Ventil 2 und Ventil 3 nicht möglich)	Öffnen Sie die Ventile 2 und 3 vor der Bewegung der Spritze.
SYR: Could not position syringe (Spritze konnte nicht positioniert werden)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
SYR: Syringe at empty position (Spritze befindet sich an leerer Position)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.
SYR: Syringe at full position (Spritze befindet sich an voller Position)	Setzen Sie den Autosampler zurück, wenden Sie sich an Waters.

6.3 Tabelle zur Störungssuche und -beseitigung

In Abbildung 6-8 ist eine Anleitung zur Störungssuche und -beseitigung bei Problemen des Auto-Injektors angegeben. In dieser Tabelle werden Probleme des Auto-Injektors, mögliche Ursachen und Fehlerbehebungen für das Problem beschrieben.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Autosampler funktioniert nicht (Kontrollleuchten für Ventilator und Vorderseite leuchten nicht)	Autosampler nicht an Stromquelle angeschlossen	Stellen Sie sicher, dass das Stromkabel ordnungsgemäß an die Stromquelle und den Autosampler angeschlossen sind.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Kein Strom aus der Steckdose	Überprüfen Sie die Steckdose, indem Sie ein anderes funktionsfähiges Elektrogerät anschließen und dann prüfen, ob dieses funktioniert. Wenn dieses Gerät ebenfalls nicht funktioniert, schließen Sie es an eine ordnungsgemäß funktionierende Steckdose an.
Autosampler funktioniert nicht (Kontrollleuchte für Ventilator und Vorderseite leuchtet)	Autosampler ist nicht an den Controller angeschlossen	Vergewissern Sie sich, dass das IEEE-Kabel ordnungsgemäß an den Controller angeschlossen ist. Überprüfen Sie, ob die IEEE-488-Adressen korrekt eingestellt sind, wenn die IEEE-488-Kommunikationsleitung verwendet wird. • Wenn das Kabel ordnungsgemäß angeschlossen ist und die IEEE-488-Adressen korrekt eingestellt sind, schalten Sie den Autosampler und den Controller aus und ziehen Sie das Kabel ab. Schalten Sie den Autosampler an und überprüfen Sie, ob er kalibriert ist und mit seiner eigenen Steuerung betrieben werden kann. • Wenn der Autosampler ordnungsgemäß funktioniert, finden Sie in der Bedienungsanleitung des Controllers weitere Informationen zur Störungssuche und -beseitigung.
Autosampler funktioniert nicht (Kontrollleuchte für Ventilator und Vorderseite leuchtet)	Stromausfall	Setzen Sie den Autosampler zurück und nehmen Sie den Betrieb wieder auf.
	Probenraumklappe ist geöffnet	Schließen Sie die Probenraumklappe. Wenn das Problem weiterhin besteht, wenden Sie sich an Waters.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Autosampler funktioniert nicht (Kontrollleuchte für Ventilator und Vorderseite leuchtet) ***(Fortsetzung)***	Fehler des Probenwagens	Wenden Sie sich an Waters.
	Defekte Platine	Wenden Sie sich an Waters.
Undichte Stellen des Flüssigkeitssystems (Nadel, Injektor, Seal Pak, Flüssigkeitspackung)	Lockeres oder zu fest angezogenes Kompressionsfitting	Überprüfen Sie, ob die Fittings und Zwingen zu fest oder zu locker angezogen und abgenutzt sind. Tauschen Sie sie gegebenenfalls aus.
	Defekte Ventildichtungen	Testen Sie die Ventile (Absatz 6.4.2, Test des Ventils auf undichte Stellen) und tauschen Sie sie gegebenenfalls aus (wenden Sie sich an Waters).
	Defekter Seal Pak	Ersetzen Sie den Seal Pak (wenden Sie sich an Waters).
	Defekte Flüssigkeitspackung	Tauschen Sie die Flüssigkeitspackung aus (wenden Sie sich an Waters).
	Beschädigte Nadel	Reinigen Sie den Autosampler, um die Nadel von Verschmutzungen zu befreien. Wenn das Problem weiterhin besteht, tauschen Sie die Nadel und den Seal Pak aus (wenden Sie sich an Waters).
	Verstopfte oder beschädigte Spritze	Tauschen Sie die Spritze aus (siehe Absatz 5.2, Austausch der Spritze).
Undichte Stellen des Nadelspülsystems	Lockeres oder zu fest angezogenes Kompressionsfitting	Überprüfen Sie, ob die Fittings und Zwingen zu fest oder zu locker angezogen und abgenutzt sind. Tauschen Sie sie gegebenenfalls aus.
	Defektes Flüssigkeitsventil	Tauschen Sie das Flüssigkeitsventil aus (wenden Sie sich an Waters).
	Defekte Nadelspülpumpe	Tauschen Sie die Nadelspülpumpe aus (wenden Sie sich an Waters).

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Autosampler saugt Lösungsmittel aus dem Nadelspülbehälter ab	Stellen Sie den Behälter mit dem Nadelspüllösungsmittel auf einer niedrigeren Fläche ab.
Problem bei der Probeninjektion (wie z. B. Probe wird nicht injiziert, anomale Peakform)	Defektes Injektionsventil	Reinigen Sie den Autosampler. Wenn das Problem weiterhin besteht, reparieren oder ersetzen Sie das Ventil.
Problem bei der Probeninjektion (wie z. B. Probe wird nicht injiziert, anomale Peakform) ***(Fortsetzung)***	Verstopfte Nadel aufgrund von Partikeln in der Probe	Reinigen Sie den Autosampler, um die Nadel von Verschmutzungen zu befreien. Stellen Sie sicher, dass die Probe und das Lösungsmittel ordnungsgemäß gefiltert wurden (siehe Absatz 4.2.1, Vorbereitung der Proben), um weitere Verstopfungen zu verhindern. Wenn das Problem weiterhin besteht, tauschen Sie die Nadel aus.
	Luftbläschen in der Spritze oder der Probenschleife	Reinigen Sie den Autosampler. Wenn wiederholt Luftbläschen angesaugt werden, überprüfen Sie, ob das Vakuum entsteht, wenn die Nadel den selbstabdichtenden Septumverschluss durchsticht. Dies weist daraufhin, dass die Dichtung um die Nadel herum zu dicht sitzt. Injizieren Sie aus der Probenphiole, ohne dass eine Kappe angebracht ist.
	Injektion aus leerer Probenphiole	Vergleichen Sie die Probenphioleneingabe und Phiolenposition. Geben Sie die korrekte Probenphiolennummer ein.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Ungenügende Probe in Phiole	Gewährleisten Sie, dass sich das erforderliche Mindest-Probenvolumen in der Phiole befindet (siehe Anhang D, Auswahl von Probenphiolen).
Problem bei der Probeninjektion (Fortsetzung)	Kappe sitzt zu fest auf dem selbstabdichtenden Septumverschluss	Lockern Sie die Kappe.
	Probe zu viskos	Verdünnen Sie die Probe oder verringern Sie die Ansauggeschwindigkeit der Spritze.
	Phiolenseptumverschluss nicht durchstochen	Injizieren Sie erneut aus der Probenphiole, wenn eine Kappe angebracht ist. Überprüfen Sie, ob der Injektor den Septumverschluss durchstochen hat. Wenn der Septumverschluss nicht durchstochen wurde, liegt ein Problem mit dem Injektor/der Nadel vor.
	Falsch ausgerichtetes Probentransportsystem	Wenden Sie sich an Waters.
	Defekte Injektordichtungen	Tauschen Sie die Injektordichtungen aus (siehe Absatz 5.3, Austausch des Seal Pak).
Kein Lösungsmittelfluss durch den Injektor	Autosampler ist nicht an die Pumpe angeschlossen	Schließen Sie die Flüssigkeitsleitungen an die Pumpe an (siehe Bedieneranleitung der Pumpe).
Kein Lösungsmittelfluss durch den Injektor ***(Fortsetzung)***	Autosampler im Reinigungsmodus blockiert (Ventil 1 geschlossen)	Starten Sie den Betrieb erneut, um das Ventil neu zu positionieren. Wenn das Problem weiterhin besteht, reparieren oder ersetzen Sie das Ventil (wenden Sie sich an Waters).
	Verstopftes Injektionsventil	Reinigen Sie den Autosampler. Wenn das Problem weiterhin besteht, reparieren oder ersetzen Sie das Injektionsventil.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Undichte Stellen innerhalb oder außerhalb des Autosamplers	Überprüfen Sie auf undichte Stellen. Ziehen Sie lockere Fittings an. Wenn die undichte Stelle weiterhin besteht, überprüfen Sie die Fittings und Zwingen innerhalb des Autosamplers auf Abnutzung. Tauschen Sie sie gegebenenfalls aus.
Hoher Systemdruck aufgrund des Autosamplers	Verstopfte Inline-Filter	Tauschen Sie die Filtereinsätze aus (siehe Absatz 5.4, Austausch der Inline-Filter).
	Verstopfte Nadel aufgrund von Partikeln in der Probe	Mögliche Fehlerbehebungen finden Sie unter dem oben aufgelisteten Problem „Probe wird nicht injiziert“.
	Verstopftes Injektionsventil	Reinigen Sie den Autosampler. Wenn das Problem weiterhin besteht, reparieren oder ersetzen Sie das Ventil.
	Probe mit der mobilen Phase nicht mischbar	Zum Feststellen der Löslichkeit legen Sie die Probe und mobile Phase in ein Reagenzglas und beobachten Sie, ob sich die Probe auflöst. Verdünnen Sie die Probe gegebenenfalls oder ändern Sie die mobile Phase.
Probenübernahme	Problem bei der Probeninjektion	Zum Feststellen des Problems testen Sie mit leeren Lösungsmittelinjektionen nach einer Probeninjektion. Wenn die Probenübernahme nach einer Probeninjektion weiterhin auftritt, liegt möglicherweise ein Problem mit dem Nadelspülsystem vor (siehe unten).

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
Probenübernahme *(Fortsetzung)*	Problem mit dem Nadelspülsystem (aufgrund von fehlender Entlüftung, leerem Lösungsmittelbehälter, verschmutzten Fritten oder defekter Nadelspülpumpe)	Überprüfen Sie diese möglichen Problembereiche und führen Sie einen der folgenden Schritte aus: • **Leerer Lösungsmittelbehälter**: Füllen Sie den Nadelspülbehälter. • **Fehlende Entlüftung**: Entlüften Sie das Nadelspülsystem erneut. • **Verschmutzte Fritten**: Tauschen Sie den Seal Pak aus. • **Defekte Nadelspülpumpe**: Wenden Sie sich an Waters.
Injektion aus falscher Probenphiole	Falsche Probenphiolennummer angegeben	Vergleichen Sie die Probenphioleneingabe und Phiolenposition. Geben Sie die korrekte Probenphiolennummer in den Autosampler ein.
	Probenphiole falsch gekennzeichnet	Überprüfen Sie die Informationen auf der Probenphiole. Ändern Sie gegebenenfalls die Kennung.
	Falsch ausgerichtetes Probentransportsystem	Wenden Sie sich an Waters.
Falsches Probenvolumen injiziert	Falsches Injektionsvolumen angegeben	Vergleichen Sie das Injektionsvolumen und die Phiolenposition. Geben Sie das richtige Injektionsvolumen in den Autosampler ein.
	Falsche Spritzengröße im Konfigurationsmenü angegeben	Vergleichen Sie die Spritzengröße und die installierte Spritze. Geben Sie die richtige Spritzengröße ein (siehe Absatz 3.6.3, Eingabe von Hardwareänderungen).
	Falsche Spritze im Flüssigkeitssystem installiert	Installieren Sie eine Spritze in geeigneter Größe (siehe Absatz 5.2, Austausch der Spritze).

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Ungenügende Probe in Phiole	Gewährleisten Sie, dass sich das erforderliche Mindest-Probenvolumen in der Phiole befindet (siehe Anhang D, Auswahl von Probenphiolen).
	Undichte Spritze	Reparieren oder ersetzen Sie die Spritze (siehe die Bedieneranleitung des Autosamplers).
	Probe zu viskos	Verdünnen Sie die Probe oder verringern Sie die Ansauggeschwindigkeit der Spritze.
Falsches Probenvolumen injiziert *(Fortsetzung)*	Vakuum hat sich in Phiole gebildet	Führen Sie Injektionen durch, wenn keine Kappe angebracht ist, entfernen Sie die überschüssige Probe aus der Phiole oder lösen Sie die Kappe auf dem selbstabdichtenden Septumverschluss.
Phiolen zerbrechen häufig	Falsche Phiolen verwendet	Verwenden Sie Waters Phiolen.
	Falsche Kappen verwendet	Verwenden Sie Waters Kappen.
	Kappen nicht ordnungsgemäß eingesetzt	Stellen Sie sicher, dass die Kappen ordnungsgemäß eingesetzt wurden.
	Fehlfunktion der Nadel oder des Injektors	Wenden Sie sich an Waters.
	Falsch ausgerichtetes Probentransportsystem	Wenden Sie sich an Waters.
Nadel verbogen	Feste Kappe wurde nicht von der Probenphiole entfernt	Entfernen Sie die Probenphiolenkappe und bringen Sie eine Kappe und einen Septumverschluss an. Tauschen Sie die Autosampler Nadel aus.

Tabelle 6-8 Störungssuche und -beseitigung bei Autosampler Problemen (Fortsetzung)

Problem	Mögliche Ursache	Fehlerbehebung
	Falsche Phiolen verwendet	Verwenden Sie von Waters empfohlene Phiolen. Tauschen Sie die Autosampler Nadel aus.
	Septumverschluss zu widerstandsfähig	Stellen Sie sicher, dass nur jeweils ein Septumverschluss verwendet wird. Tauschen Sie die Autosampler Nadel aus (siehe Wartungsanleitung des Autosamplers).
	Falsch ausgerichtetes Probentransportsystem	Wenden Sie sich an Waters.
Heizung/Kühlung kann Solltemperatur nicht erreichen	Frost verhindert Kühlung	Entfrosten Sie den Probenraum.
	Äußere oder Probenraumventilatoren funktionieren nicht	Ersetzen Sie den Ventilator (wenden Sie sich an Waters).
	Ventilatorfilter verschmutzt	Reinigen Sie den Ventilatorfilter.
	Ungenügende Luftzufuhr	Stellen Sie sicher, dass hinter dem Autosampler ausreichend Platz vorhanden ist (siehe Absatz 2.1, Standortanforderungen).
Heizung/Kühlung kann Solltemperatur nicht erreichen *(Fortsetzung)*	Probenraumklappe länger als 5 Minuten geöffnet	Schließen Sie die Probenraumklappe.
	Hohe Umgebungstemperatur im Labor	Senken Sie die Umgebungstemperatur.

6.4 Verfahren zur Störungssuche und -beseitigung

Verwenden Sie die unten stehenden Verfahren zur Störungssuche und -beseitigung, um Probleme zu korrigieren oder zu isolieren.

In diesem Abschnitt werden die folgenden Verfahren beschrieben:

- Manuelle Reinigung der Spritze
- Testen des Ventils auf undichte Stellen
- Manuelle Einstellung des Transducers

Spezielle Ventildiagnosen

Sie können bei den Anwenderdiagnosen über die Seite Valve and Motor Operations (Ventil- und Motorbetrieb) auf die zwei speziellen Diagnosen zugreifen:

- Valve Test Page (Seite für Ventiltest)
- Valve Rebuild Page (Seite für Ventilaufbau)

Achtung: *Der Ventildiagnosetest wird zum Feststellen eines fehlerhaften Ventils verwendet. Dieser Test* darf nur *mit der Hilfe eines qualifizierten Waters Kundendiensttechnikers durchgeführt werden.*

6.4.1 Manuelle Reinigung der Spritze

Wenn sich die Luftbläschen nicht durch mehrere Reinigungen aus der Spritze entfernen lassen, führen Sie eine manuelle Reinigung durch.

1. Öffnen Sie die Seite Diagnostic: Valve and Motor Operations (Diagnose: Ventil- und Motorbetrieb) über die Menüs Diagnostics (Diagnosen) und User Diagnostics (Anwenderdiagnosen).
2. Stellen Sie die Ventile und Spritzenpositionen ein, wie in Abbildung 6-1 dargestellt.

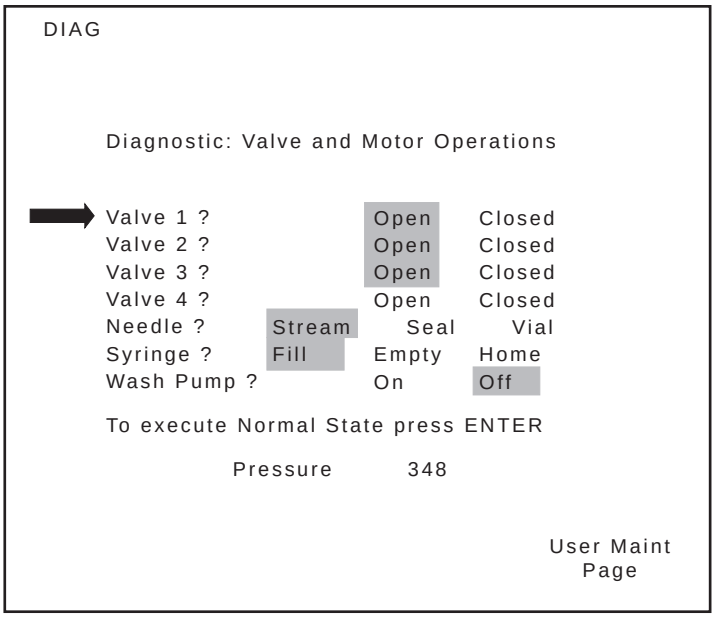


Abbildung 6-1 Positionierung der Spritze zur manuellen Reinigung

3. Stellen Sie die Systemfließgeschwindigkeit auf 1 mL/min ein.
4. Entfernen Sie die Spritzenabdeckung.
5. Entfernen Sie die Rändelmutter.
6. Drücken Sie den Kolben bis zur Oberseite des Spritzenzylinders.
7. Ziehen Sie den Kolben halb nach unten.
8. Wiederholen Sie die Schritte 6 und 7 dreimal.
9. Bewegen Sie in der Seite Diagnostic: Valve and Motor Operations den Pfeil auf das Feld

   `To execute Normal State press ENTER. (Zum Ausführen der normalen Einstellungen drücken Sie die Eingabetaste.)`

   und drücken Sie dann auf **Enter**.

6.4.2 Test des Ventils auf undichte Stellen

Wenn ein Kompressionstest mit einer entgasten mobilen Phase fehlschlägt, verwenden Sie das unten stehende Verfahren, um die Probleme innerhalb des Autosampler Flüssigkeitssystems zu isolieren.

Vorsicht: *Tragen Sie eine Schutzbrille zum Durchführen dieses Verfahrens.*

Vorbereitung von Ventiltests

Dieses Verfahren erfordert eine Pumpe, die mindestens 5000 psi ohne Auslaufen zuführen kann und über ein Druckmessgerät verfügt.

1. Öffnen Sie die Probenraumklappe, nehmen Sie das Karussell heraus und legen Sie ein Becherglas unter die Injektornadel.
2. Verschließen Sie die rote Auslassleitung mit einer Kappe.
3. Öffnen Sie die Seite Diagnostic: Valve and Motor Operations (Abbildung 6-2).

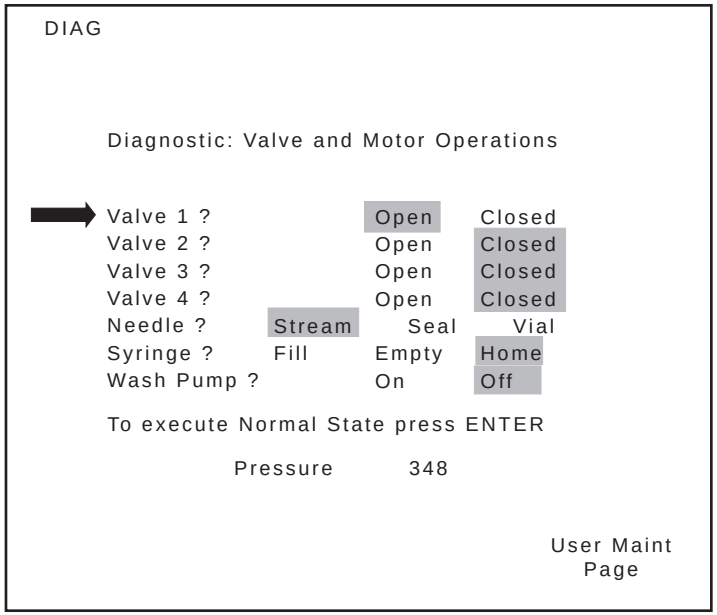


Abbildung 6-2 Valve and Motor Operations (Ventil- und Motorbetrieb)

Durchführung von Ventiltests

Führen Sie jeden Test in der angegebenen Reihenfolge durch. Die Durchführung eines Tests besteht aus folgenden Schritten:

- Einstellung der Ventile und der Nadel
- Einstellung des Pumpendrucks
- Überwachung des Druckabfalls
- Überprüfung der Ventilfreisetzungszeit

So führen Sie einen Ventiltest durch:

1. Stellen Sie die Ventile und die Nadel für jeden Test auf der Seite Valve and Motor Operations folgendermaßen ein:

Test	Überprüfungen	Schritt 1	Schritt 2	Schritt 3	Schritt 4	Schritt 5
1	Ventil 1 und Injektordich-tungen	Nadel in der Phiole	Ventil 3 geöffnet	Ventil 2 geschlossen	Ventil 1 geschlossen	—
2	Ventil 2	Nadel im Fluss	Ventil 3 geöffnet	Ventil 1 geöffnet	Ventil 2 geschlossen	—
3	Nadelan-schluss zu niedrig in der Dichtung	Nadel in der Dichtung	Ventil 3 geöffnet	Ventil 1 geöffnet	Ventil 2 geschlossen	—
4	Nadelan-schluss zu hoch in der Dichtung	Nadel in der Dichtung	Ventil 3 geöffnet	Ventil 1 geschlossen	Ventil 2 geöffnet	—

2. Lassen Sie die Pumpe für jeden Test mit der angegebenen Fließgeschwindigkeit laufen, bis der gewünschte Druck erreicht wurde.

Test	Überprüfungen	Fließgeschwindigkeit (mL/min)	Druck (psi)

1	Ventil 1 und Injektordichtungen	1.0	4500
2	Ventil 2	1.0	4500
3	Nadelanschluss zu niedrig in der Dichtung	1.0	4500
4	Nadelanschluss zu hoch in der Dichtung	1.0	4500

3. Schalten Sie die Pumpe aus und beobachten Sie den Druck für 15 Sekunden auf Druckabfall.

Test	Überprüfungen	Zulässiger Druckabfall (psi)	Undichte Stellen
1	Ventil 1 und Injektordichtungen	500	Nadelanschluss, Nadel oder Ventilgehäuse
2	Ventil 2	500	Abfallleitung oder Ventilgehäuse
3	Nadelanschluss zu niedrig in der Dichtung	500	Nadelanschluss
4	Nadelanschluss zu hoch in der Dichtung	500	Ausgang für Ventil 3

4. Testen Sie die Ventilfreisetzungszeit unter Druck, indem Sie das zu testende Ventil öffnen. Der Druck muss in ≤ 3 Sekunden freigesetzt werden.
5. Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 4 für jeden Test.
6. Wenn der Injektor nicht kalibriert werden kann oder die Ventile den erforderlichen Druck nicht aufrechterhalten können, wenden Sie sich an den Waters Kundendienst.

6.4.3 Manuelle Einstellung des Transducers

Wenn die automatische Nulleinstellung des Transducers fehlschlägt (Absatz 3.4.2, Automatische Nulleinstellung des Transducers), führen Sie die Einstellung anhand des unten stehenden Verfahrens manuell durch.

Vorsicht: *Um die Gefahr eines elektrischen Schlags zu vermeiden, trennen Sie das Stromkabel von der Stromversorgung, bevor Sie die Abdeckung abnehmen und das Instrument untersuchen.*

So stellen Sie den Transducer manuell ein:

1. Vergewissern Sie sich, dass der Systemdruck Null beträgt.
2. Schalten Sie den Autosampler aus.
3. Nehmen Sie die Autosampler Abdeckung ab (Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung).
4. Schalten Sie den Autosampler ein.
5. Öffnen Sie die Seite Auto Zero Pressure (automatische Nulleinstellung des Drucks), indem Sie die in Abbildung 6-3 angegebenen Tasten drücken.

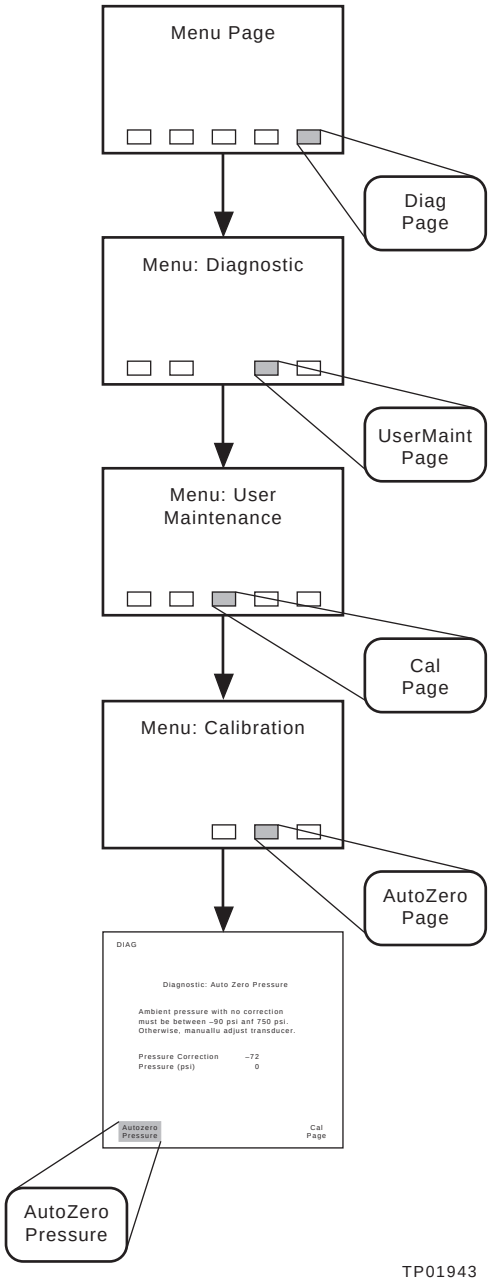


Abbildung 6-3 Zugriff auf die Seite Auto Zero Pressure (automatische Nulleinstellung des Drucks)

6. Stellen Sie mit Hilfe eines kleinen Schraubenziehers die Einstellschraube ein, die durch die Zugangsöffnung unterhalb des Transducers aus schwarzem Kunststoff zugänglich ist (Abbildung 6-4).

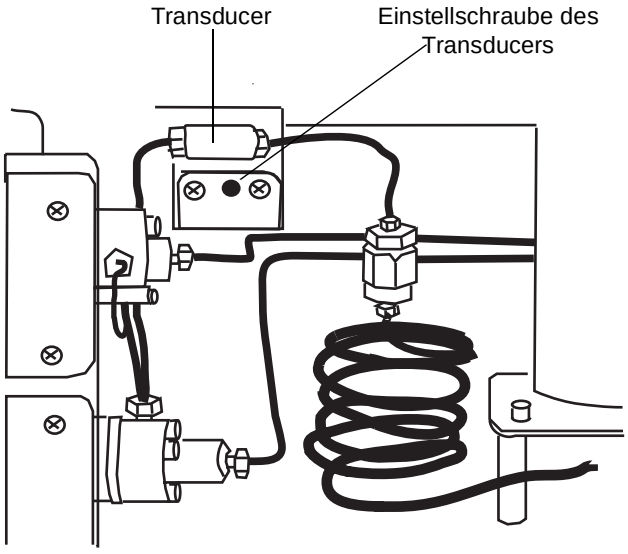


Abbildung 6-4 Einstellung des Transducers

7. Stellen Sie mit dem Schraubenzieher den Transducer ein, bis der Druckwert zwischen -90 und +750 psi beträgt.
8. Führen Sie eine automatische Nulleinstellung durch (Absatz 3.4.2, Automatische Nulleinstellung des Transducers).
9. Bringen Sie die Autosampler Abdeckung wieder an (siehe Absatz 2.6.1, Entfernung/Anbringung der 717plus Abdeckung).

Anhang A
Technische Daten

In diesem Anhang sind die folgenden Informationen enthalten:

- Betriebsdaten
- Mechanische Daten
- Daten der Umgebungsfaktoren
- Leistungsanforderungen
- Kommunikationsdaten

Abbildung A-1 Betriebsdaten

Vorraussetzung	**Technische Daten**
Injektionsvolumenbereich	0,1 µL bis 2000 µL in 0,1 µL-Schritten
Linearität (1 bis 100 µL)	> 0,99 Abweichungskoeffizient
Probenübernahme	< 0.1 %
Bandspreizung	< 10 % Beitrag für alle Lösungsmittelsysteme
Präzision (normal, 5 bis 50 µL)	< 0,5 % relative Standardabweichung
Systembetriebsdruck	4500 psig (31027 kPa) maximaler Dauerbetriebsdruck, 5000 psig (34475 kPa) maximaler plötzlicher Anstieg für < 30 Sekunden
Spülfluss, Lösungsmittelfließgeschwindigkeit	> 0,4 mL pro Injektion
Erforderliche Mindestprobe	7 µL unter Verwendung von Einsätzen mit niedrigem Volumen
Probenraum-Temperaturregelung (optionales Kit erforderlich)	4 bis 40 °C, ± 3 °C, festgelegt in Schritten von 1 °C; maximale Zeit zum Erreichen der Solltemperatur 1,5 hr. (*niedrige Solltemperatur nimmt über 27 °C Umgebungstemperatur ab)
Erweiterte Probennahmeroutinen	Prioritätsproben, Auto Standards (automatische Standards), Auto Addition (automatische Addition) und Auto Transfer (automatische Übergabe)

Tabelle A-1 Mechanische Daten

Vorraussetzung	Technische Daten
Angefeuchtete Oberflächenmaterialien	316 Edelstahl, Teflon®, Glas, Fluoraloy-08 R, UHMWPE
Anzahl der Probenphiolen	1 bis 96
Anzahl der Injektionen	Programmierbare 1 bis 99 Injektionen pro Phiole
Zulässige Lösungsmittel	Alle Standard-LC-Lösungsmittel
Einlassschlauch zum Injektor	0,040 Innendurchmesser, Edelstahl
Auslassschlauch aus Injektor	0,009 Innendurchmesser, Edelstahl
Gesamtes Lösungsmittelvolumen	836 µL
Gewicht	28, 6 kg (63 lbs)
Abmessungen	15” Breite x 16” Höhe x 21” Tiefe (38,10 x 40,64 x 53,34 cm)

Tabelle A-2 Daten der Umgebungsfaktoren

Vorraussetzung	Technische Daten
Betriebstemperaturbereich	4 bis 40 °C Beachten Sie, dass die Leistung der Kühlung abnimmt, wenn die Umgebungstemperatur über 27 °C beträgt.
Relative Feuchtigkeit	80 %, nicht kondensierend
Lagerungstemperaturbereich	-40 bis 70 °C

Tabelle A-3 Leistungsanforderungen

Spannungsbereich (V WS)	Frequenz (Hz)	Stromstärke
100 bis 240 Geerdete WS-Steckdose	50 oder 60 Hz	5 A, Maximum

Tabelle A-4 Kommunikationsdaten

Vorraussetzung	**Technische Daten**
IEEE-488	Buchse mit 24 Steckern
RS-232	Angepasster modularer Telefonanschluss
Eingangssignal (2) Hold Injection (2) (Injektion anhalten)	Jeder Eingang verfügt über einen internen Endwiderstand, der an +5 V angeschlossen und bis ±30 V gesichert ist. Logic Low (niedriges Logiksignal) wird als Eingangsspannung zwischen -30 V und 1,8 V definiert. Logic High (hohes Logiksignal) wird als Eingangsspannung zwischen 3,0 V und 30 V definiert. Die feststellbare Mindest-Impulsdauer beträgt 30 Millisekunden.
Ausgangssignal (1) Inject Start (2) (Injektionsbeginn) Inject Stop (1) (Injektionsende)	Jeder Ausgang verfügt über einen eigenen Relaiskontaktschluss. Kontaktbelastbarkeit (bei Überschreitung wird das Instrument dauerhaft beschädigt): Maximaler Belastungswiderstand: 10 VA Maximale Schaltspannung: 40 V GS Maximaler Schaltstrom: 0,25 A Maximaler Dauerstrom: 1,0 A

Anhang B
Ersatzteile

In Tabelle B-1 werden die für die Installation durch den Kunden genehmigten Ersatzteile aufgeführt. Teile, die nicht in diesem Abschnitt aufgelistet werden, müssen unter Umständen von einem qualifizierten Kundendiensttechniker installiert werden.

Abbildung B-1 Ersatzteile

Beschreibung	**Teilenummer**
Batterie	WAT080443
Kappe für 1 mL-Phiole (1000/Packung)	WAT078515
Kappe, aus schwarzem Phenol für 4 mL-Phiole mit Schraubverschluss (144/Packung)	WAT072711
Karussell mit 48 Phiolen	WAT078723
Karussell mit 96 Phiolen	WAT078727
Stützen	WAT036017
Filtereinheit, Vorsäule	WAT035190
Filtereinsatz, Vorsäule	WAT088084
Heizung/Kühlung	WAT078563
Injektor	WAT078949
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen, 250 µL, niedrigstes Mindestvolumen (144/Packung)	WAT072704
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen, 250 µL (144/Packung)	WAT015199
Kunststoffeinsatz mit niedrigem Volumen, 250 µL (144/Packung)	WAT072030
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen, 150 µL (100/Packung)	WAT072294
Einsatz mit niedrigem Volumen, Feder für 250 µL (144/Packung)	WAT072708
Einsatz mit niedrigem Volumen, Feder für 15 µL (100/Packung)	WAT072289
Stromkabel, 110 V	WAT097194
Stromkabel, 220 V	WAT097410
Pumpeneinheit, Nadelspülung	WAT078979
Drosselventilschleife	WAT078824

Abbildung B-1 Ersatzteile (Fortsetzung)

Beschreibung	Teilenummer
Probenschleife	WAT045584
Zusätzliche Probenschleife 2000 µL	WAT045275
Seal Pak und Nadel	WAT045559
Septumverschlüsse, PTFE für Schraubkappen (1440/Packung)	WAT073005
Septumverschlüsse, PTFE für Schraubkappen (144/Packung)	WAT072714
Septumverschlüsse, 35-mil selbstabdichtend für Schraubkappen (144/Packung)	WAT022861
Septumverschlüsse, 70-mil selbstabdichtend für Schraubkappen (144/Packung)	WAT073008
Elektromagnetventil, Ventil 4	WAT078800
Spritze, 25 µL	WAT077343
Spritze, 250 µL	WAT044886
Spritze, 250 µL, mit Kolbenspitze	WAT077347
Spritze, 2500 µL	WAT077342
Spritze, 2500 µL, mit Kolbenspitze	WAT077349
Spritzenklappe	WAT078910
Klemmenleiste mit Kennung	WAT078867
Thermistorfühler	WAT078574
Transducer	WAT045400
Einlassschlauch der Pumpe	WAT045204
Auslassschlauch zur Säule	WAT072215
Abfallschlauch	WAT044873
Schlauch, Transducer zur Probenschleife	WAT078571
Schlauch, Ventil 1 zu Ventil 2	WAT078565
Schlauch, Ventil 2 zur Spritze	WAT078567
Schlauch, Ventil 2 zum Transducer	WAT078568
Schlauch, Ventil 3 zur Spritze	WAT078569
Hochdruckventil	WAT045438
Hochdruckventil, Rebuild-Kit (erfordert Werkzeugkit, WAT045427)	WAT045424
Hochdruckventil, Werkzeugkit	WAT045427

Abbildung B-1 Ersatzteile (Fortsetzung)

Beschreibung	Teilenummer
Hochdruckventil, Reparaturkit	WAT045426
Niederdruckventil	WAT078924
Niederdruckventil, Rebuild-Kit	WAT045436
Phiole, 700 µL, konisch, aus transparentem Kunststoff (100/Packung)	WAT022476
Phiole, 1 mL, aus klarem Glas (100/Packung)	WAT078514
Phiole, 1 mL, aus braunem Glas (100/Packung)	WAT022478
Phiole, 1 mL, aus klarem Glas mit Kappen (500/Packung)	WAT022479
Phiole, 3 µL, mit konischer Unterseite, aus Kunststoff (48/Packung)	WAT022475
Phiole, 4 mL, aus klarem Glas (48/Packung)	WAT022468
Phiole, 4 mL, aus braunem Glas (48/Packung)	WAT022477
Phiole, 4 mL, Glas mit Schraubverschluss (48/Packung)	WAT072710
Phiole, 4 mL, Glas mit Schraubverschluss, mit Kappen und PTFE-Septumverschlüssen (144/Packung)	WAT073018

Anhang C Reproduzierbarkeit und Entgasung von Lösungsmitteln

In diesem Anhang werden die folgenden Themen behandelt:

- Faktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen
- Entgasung von Lösungsmitteln

C.1 Faktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen

Während dem Ansaugen der Probe bildet der Waters Autosampler eine geschlossene Schleife zwischen der Messspritze und der Probenphiole. Das Verhalten der Probe und des Lösungsmittels in der Schleife bestimmt die Leistung und Reproduzierbarkeit der Injektion.

Folgende Faktoren beeinflussen das Verhältnis des Lösungsmittels in der Schleife:

Chemische Faktoren

- Intrinsische Komprimierbarkeit
- Aufgelöstes Gas
- Viskosität

Instrumentenfaktoren

- Integrität der Probenschleife
- Volumen der Probenschleife

C.1.1 Chemische Faktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen

Wenn sich die mobile Phase wie eine perfekte Hydraulikflüssigkeit verhält, ist das Volumen der angesaugten Probe das gleiche wie das Volumen des Lösungsmittels, das in

die Spritze gezogen wird. Der Autosampler misst die hydraulischen Eigenschaften des Lösungsmittels, indem dieses in der Probenschleife komprimiert wird (Kompressionsüberprüfung). Das tatsächliche Injektionsvolumen liegt um den Komprimierbarkeitsfaktor unterhalb des programmierten Injektionsvolumens. Wenn die Komprimierbarkeit ansteigt, nimmt das tatsächliche injizierte Volumen ab.

Die Komprimierbarkeit eines Lösungsmittels hängt von zwei Faktoren ab:

- Spezifische Eigenschaften
- Aufgelöstes Gas

Intrinsische Komprimierbarkeit

Die intrinsische Komprimierbarkeit ist je nach Lösungsmittel unterschiedlich. Wasser hat eine geringe Komprimierbarkeit und koppelt die Spritzenverschiebung genau mit dem Ansaugen der Probe. Methylenchlorid weist die höchste Komprimierbarkeit auf.

Die intrinsische Komprimierbarkeit eines Lösungsmittels variiert nicht von Injektion zu Injektion und beeinflusst daher nicht die Reproduzierbarkeit einer Injektion. Beachten Sie jedoch stets die intrinsische Komprimierbarkeit bei der Durchführung von Kompressionsüberprüfungen und der Einstellung der Kompressionsgrenze (siehe Absatz 4.5.3, Durchführung einer Kompressionsüberprüfung).

Hinweis: *Führen Sie immer eine Kompressionsüberprüfung durch, wenn Sie die Lösungsmittel austauschen oder eine neue Lösungsmittelflasche verwenden.*

Aufgelöstes Gas

Das aufgelöste Gas in einer mobilen Phase beeinflusst ihre Komprimierbarkeit. Aufgelöstes Gas kann extrem variabel sein und ist der größte Faktor, der die Reproduzierbarkeit in der Chromatographie beeinträchtigt.

Viskosität

Wenn die Probe viskos ist, reagiert sie auf die Spritzenverschiebung langsamer. Wenn die Spritze herausgezogen wird, baut die mobile Phase einen Teildruck auf, und die programmierte Probenmenge kann nicht angesaugt werden. Der Waters 717plus Autosampler ermöglicht es Ihnen, die Spritzengeschwindigkeit für viskose Proben anzupassen (siehe Absatz 4.8.3, Injektionen von viskosen Proben).

C.1.2 Instrumentenfaktoren, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen

Zu den Faktoren des Flüssigkeitssystems, die die Reproduzierbarkeit beeinflussen, gehören folgende:

- Integrität der Probenschleife
- Volumen der Probenschleife

Integrität der Probenschleife

Die Probenschleife muss von der Probenphiole zur Spritze mit einer Dichtung verschlossen werden, und die Phiole sollte sich unter Atmosphärendruck befinden. Wenn eine Undichtigkeit vorliegt, kann die Luft einen Teil der Probe verdrängen.

Testen Sie die Probenschleifenintegrität, indem Sie den Kompressionstest bei Drücken über 30 psi ausführen (siehe Absatz 4.5.3, Durchführung einer Kompressionsüberprüfung).

Volumen der Probenschleife

Der Widerstand der Schläuche, die Viskosität und die Elastizität der Flüssigkeiten (Probe und mobile Phase) beeinflussen die Fähigkeit der Probe, dem Ansaugen durch die Spritze zu folgen. Wenn Sie die zusätzliche Schleife mit Injektionen unter 200 µL verwenden, erhöhen Sie die Auswirkungen des Widerstands und der Elastizität und verringern so die Reproduzierbarkeit der Injektion.

Hinweis: *Verwenden Sie stets die kleinste Probenschleife, die das Injektionsvolumen aufnehmen kann.*

C.2 Entgasung von Lösungsmitteln

Entgaste Lösungsmittel verbessern die Reproduzierbarkeit in der Chromatographie durch Folgendes:

- Genaue Injektionen der Probenvolumen
- Stabile Basislinien und verbesserte Empfindlichkeit
- Reproduzierbare Retentionszeiten für eluierende Peaks
- Stabiler Pumpenbetrieb

In diesem Abschnitt wird die Theorie zur Entgasung von Lösungsmitteln erläutert. Die Methoden zur Entgasung von Lösungsmitteln sowie Hinweise dazu werden ebenfalls beschrieben.

C.2.1 Theorie der Lösungsmittelentgasung

Nur eine endliche Gasmenge kann in einem gegebenen Flüssigkeitsvolumen unter bestimmten Bedingungen aufgelöst werden. Diese Menge hängt von der Temperatur der Flüssigkeit, dem auf die Flüssigkeit angewendeten Druck und der chemischen Reaktionsgeschwindigkeit des Gases für die Flüssigkeit ab.

Auswirkungen von intermolekularen Kräften

Im Allgemeinen löst sich ein Gas am besten in einem Lösungsmittel auf, in dem die intermolekularen Anziehungskräfte zwischen den Molekülen des Lösungsmittels und denen des Gases ähnlich sind („Ähnliches löst Ähnliches auf“). Wenn es sich bei den Hauptanziehungskräften um Van-der-Waalsche-Kräfte handelt, ist das Gas in diesem Lösungsmittel löslicher als in einem mit Dipolkräften oder Wasserstoffbindungen. Daher wird eine größere Menge an Wasserstoff (H_2), Stickstoff (N_2), Sauerstoff (O_2) oder Helium (He) besser in Alkanen und Alkohol als in Wasser aufgelöst.

Auswirkungen der Temperatur

Die Temperatur wirkt sich auf zwei Arten auf die Löslichkeit von Gasen aus:

- Je höher der Siedepunkt des Lösungsmittels, desto löslicher ist das Gas im Lösungsmittel.
- Eine Temperaturerhöhung der Gas-/Flüssigkeitslösung wirkt sich auf den Prozentanteil des Gases im Lösungsmittel aus.

Wenn die Wärme des Lösungsmittels zu einer exothermischen Reaktion führt, wird der Prozentanteil des Gases im Lösungsmittel reduziert. Wenn es sich um eine endothermische Reaktion handelt, wird der Prozentanteil des Gases erhöht. Die Löslichkeit von He in H_2O nimmt zum Beispiel bei einem Temperaturanstieg ab, die Löslichkeit von He in Benzol steigt jedoch bei einem Temperaturanstieg an.

Auswirkungen des Teildrucks

Die Masse des in einem bestimmten Lösungsmittelvolumen aufgelösten Gases ist proportional zum Teildruck des Gases in der Dampfphase des Lösungsmittels. Wenn der Druck des Gases abnimmt, nimmt die Menge dieses Gases im Lösungsmittel ebenfalls ab.

Auswirkungen des aufgelösten Sauerstoffs

Aufgelöster Sauerstoff beeinflusst die Detektorleistung auf verschiedene Arten. In Lösungsmitteln aufgelöster Sauerstoff kann unter Umständen einen UV-absorbierenden Komplex bilden. Die Menge des gebildeten Komplexes hängt vom Lösungsmittel ab. Die Auswirkungen sind besonders in den Lösungsmitteln Methanol und THF ersichtlich. Aufgelöster O_2 hat eine minimale Auswirkung auf die absolute Ansprechempfindlichkeit eines UV-Detektors, er kann jedoch Folgendes verursachen:

- Vermehrtes Rauschen, da weniger Licht den Detektor erreicht
- Erhöhte Temperaturreaktion
- Basisliniendrift
- Reduzierter dynamischer Bereich (Absorptionsbereich)

Änderungen der Eigenschaften eines Lösungsmittels können sich nachteilig auf die Präzision und Genauigkeit der Lösungsmittelzuführungspumpe auswirken. Dies kann zu Schwankungen in der Retentionszeit und Peakhöhe oder -bereich führen.

C.2.2 Methoden zur Lösungsmittelentgasung

Es gibt vier Hauptmethoden zum Entgasen von Lösungsmitteln:

- Spülung mit einem weniger löslichen Gas
- Erhitzung
- Druckreduzierung durch Vakuum
- Ultraschalldesintegration

Diese Methoden können einzeln oder kombiniert verwendet werden.

Spülung

Durch die Spülung oder Leitung von Helium durch das Lösungsmittel werden andere Gase aus diesem entfernt, da es mit Helium gesättigt wird. Niedrigere Konzentrationen von unerwünschten Gasen verringern die Hintergrundabsorption der UV-Detektoren. Gut gespülte Lösungsmittel verbessern auch die Pumpenleistung. Durch die Gasspülung erreicht das Lösungsmittel ein Gleichgewicht, das durch eine Heliumschicht über dem Lösungsmittel aufrechterhalten werden kann.

Wärme

Die Wärme erhöht den Dampfdruck des Lösungsmittels auf der Oberfläche. Da sich der Teildruck des Lösungsmittels erhöht, nimmt der Teildruck des Gases proportional ab. Dies verhindert jede weitere Absorption des Gases in das Lösungsmittel. Dies gilt für die meisten Gase in Wasser, jedoch nicht unbedingt für organische Lösungsmittel.

Vakuum

Ein Vakuum reduziert den Druck auf der Oberfläche des Lösungsmittels. Da die Masse des Gases im Lösungsmittel proportional zum Teildruck des Gases an der Oberfläche des Lösungsmittels ist, nimmt die Masse des Gases mit sinkendem Druck ab.

Ultraschalldesintegration

Durch die Ultraschalldesintegration mit hohen Energieschallwellen wird Energie in das Lösungsmittel getrieben. Dies führt dazu, dass Gasbläschen in Submikronengröße aggregieren. Wenn das Gas aggregiert, nimmt die Größe der Bläschen zu, so dass sie aus dem Lösungsmittel fließen und abgeführt werden. Durch die Ultraschalldesintegration alleine können 3,8 Liter (1 Gallone) Lösungsmittel in ungefähr 20 Minuten entgast werden. Die Ultraschalldesintegration entfernt jedoch nicht so viel Sauerstoff wie die Spülung mit Helium.

C.2.3 Hinweise zur Lösungsmittelentgasung

Wählen Sie das effizienteste Entgasungsverfahren für Ihre Anwendung. Zum Entfernen des Gases in der kürzestmöglichen Zeit berücksichtigen Sie Folgendes:

- Die Heliumspülung führt zu stabilen Basislinien und einer höheren Empfindlichkeit in einem Detektor und verhindert die erneute Absorption des atmosphärischen Gases.
- Zum Entgasen des Lösungsmittels durch Wärme müssen Sie das Lösungsmittel erhitzen. Diese Methode ist für gemischte Lösungsmittel eher unpraktisch. Niedrige Wärmestufen reduzieren jedoch die Reabsorptionsrate des Gases.

  Vorsicht: *Legen Sie kein Vakuum an die braunen Gallonenflaschen an, in denen das Lösungsmittel geliefert wird. Die Implosionsgefahr ist unter diesen Umständen sehr hoch.*

- Das Vakuum alleine ist zu langsam, um eine akzeptable Methode zur Entgasung von Lösungsmitteln darzustellen. Ein gesinteter 0,5 Mikrometer Glas-Vakuumfilter, mit einem Vakuum von 300 mm, kann jedoch 3,8 Liter (1 Gallone) Lösungsmittel in

ungefähr 8 Minuten filtern und entgasen. Eine Vakuumentgasung kann die Zusammensetzung des gemischten Lösungsmittels ändern.

- Mit der Ultraschalldesintegration plus Vakuum kann ein Liter Lösungsmittel sehr schnell entgast werden. Diese Methode ändert die Zusammensetzung der gemischten Lösungsmittel wahrscheinlich kaum, da diese nicht so lange dem Vakuum ausgesetzt sind.

Anhang D
Auswahl von Probenphiolen

Verwenden Sie diesen Anhang als eine Anleitung zur Auswahl von Probenphiolen. Wählen Sie eine Probenphiole aufgrund der chemischen Zusammensetzung sowie des Proben- und Injektionsvolumens aus.

Chemische Zusammensetzung der Probe

Wählen Sie basierend auf der chemischen Zusammensetzung der Probe Folgendes aus:

- **Phiole aus Glas**: Allgemeine Zwecke
- **Phiole aus Polypropylen**: Empfohlen für Ionenchromatographie
- **Phiole aus braunem Glas**: Empfohlen für lichtempfindliche Proben
- **Phiole aus Polymethylpenten**: Empfohlen für Ionenchromatographie mit niedrigem Volumen

Proben- und Injektionsvolumen

Anhand von Tabelle D-1 und Tabelle D-2 können Sie die geeignetste Probenphiolengröße ermitteln.

Tabelle D-1 Probenphiolen für ein Karussell mit 48 Phiolen

Probenphiole Beschreibung	Gesamte Aufnahmefähigkeit	Maximale Injektion	Maximales Restvolumen
Glas mit Schraubkappe[a]	4,0 mL	2,4 mL	1,6 mL
Glas	4,0 mL	2,4 mL	1,6 mL
Kunststoff	4,0 mL	2,4 mL	1,6 mL
Braunes Glas mit Schraubkappe[a]	4,0 mL	2,4 mL	1,6 mL
Kunststoff, konische Unterseite	3,0 mL	2,9 mL	95 µL

Tabelle D-1 Probenphiolen für ein Karussell mit 48 Phiolen (Fortsetzung)

Probenphiole Beschreibung	Gesamte Aufnahmefähigkeit	Maximale Injektion	Maximales Restvolumen
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen (Phiole mit Schraubkappe)	250 µL	244 µL	6 µL
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen (Phiole mit Schraubkappe), runde Unterseite	250 µL	230 µL	20 µL
Kunststoffeinsatz mit niedrigem Volumen (Phiole mit Schraubkappe), runde Unterseite	250 µL	230 µL	20 µL

a. Schraubkappe mit Teflon- oder selbstabdichtenden Septumverschlüssen verfügbar

Tabelle D-2 Probenphiolen für ein Karussell mit 96 Phiolen

Probenphiole Beschreibung	Gesamte Aufnahmefähigkeit	Maximale Injektion	Maximales Restvolumen
Glas	1 mL	600 µL	400 µL
Kunststoff, konische Unterseite	700 µL	650 µL	50 µL
Braunes Glas	1 mL	600 µL	400 µL
Glaseinsatz mit niedrigem Volumen (1 mL)	150 µL	144 µL	6 µL

Index

A

Abfallzeit 70
Ablassleitung 11, 13
Abschalten 54, 55
Ansauggeschwindigkeit 111
Anschluss des System-Controllers 18
Anschluss für Diagramm-Markierung 20
Anschlüsse 22
  automatische Nulleinstellung 20
  Detektor 20
  Diagramm-Markierung 20
  Ereignisausgang 21
  ExpertEase 19
  Flüssigkeit 11
  IEEE-488 21
  Klemmenleiste 15–21
  Kommunikation 14
  LAC/E 19
  Maxima 19, 22
  Millennium 19, 22
  RS-232 23
  SAT/IN 19
  SIM 19
  Stromversorgung 10
  System-Controller 18
Anschlüsse für eine automatische Nulleinstellung 20
Anzeige Step Function (Schrittfunktion) 79
Anzeigekontrast, Anpassung 34
Ausführung von Proben
  Routine 101
  statisch 103
Auspacken 9
Ausschalten 54, 55
Auto Addition (automatische Addition)
  Beispiel zum Probelauf 90
  Deaktivierung 89
  herkömmliche Phiolen 86
  Programmierung und Ausführung 87
  Übersicht 86
  Verwendung 86–90
Auto Addition Page (Seite für die automatische Addition) 88
Auto Page (Seite für automatischen Probelauf) 35
Auto Run (automatischer Probelauf)
  Anzahl der Schritte 75
  Auto Addition, siehe Auto Addition
  Auto Standards, siehe Auto Standards
  Auto Transfer, siehe Auto Transfer
  Eingabe der Schrittparameter 77
  Funktionen 73
  Navigation durch die Tabelle 75
  Programmierung der Schrittfunktionen 78
  Start und Stopp 101
  Status 102
  Übersicht 73, 77
  Verwendung der Anzeige Auto Run 75
Auto Standards (automatische Standards)
  Beispiel zum Probelauf 84
  Deaktivierung 84
  Festlegung des Ausführungszeitpunkts von Standards 84
  Parameter 83
  Programmierung und Ausführung 82
  Standardphiolen 81
  Übersicht 81
  Verwendung 81–86
Auto Transfer (automatische Übergabe)
  Beispiel zum Probelauf 96
  Deaktivierung 96

Parameter 89, 94
Programmierung und Ausführung 91
Übergabe vor Injektion 98
Übergabe vor Phiole 97
Übergabe vor Schritt 96
Übergabesequenz 93
Übersicht 91
Verwendung 90–99
Auto-Injektor
Setup-Parameter, Änderung 124
Spritze, siehe Spritze
Automatische Probennahme
Ausführung 72–103
Flussdiagramm 58
Übersicht 57
Automatische Programmierung
Aktivierung der Reinigung 112
Anzahl der Schritte 75
Auto Addition, siehe Auto Addition
Auto Standards, siehe Auto Standards
Auto Transfer, siehe Auto Transfer
Eingabe der Schrittparameter 77
Flussdiagramm 58
Funktionen 73
Navigation durch die Tabelle 75
Programmierung der Schrittfunktionen 78
Start und Stopp 101
Übersicht 57, 73, 77
Verwendung der Anzeige Auto Run 75
Automatischer Probelauf
Reinigung während 112

B

Basisliniendrift 173

C

Compressible Volume (komprimierbares Volumen) 70
Compression Pressure (Kompressionsdruck) 70
Config Page (Konfigurationsseite) 36
Conventions, documentation xxiv

D

Dampfdruck 172
Datensystem, Steuerung 22
Detektoranschluss 20
Diag Page (Diagnoseseite) 36
Diagnosen
Ventil- und Motorbetrieb 154
Ventiltest 152
Documentation conventions xxiv
Draw Rate (Ansauggeschwindigkeit) 47

E

Einschalten 33
Entfrostung 117
Entgasung 171
Hinweise 174
Methoden 173
Spülung 173
Theorie 172
Ultraschalldesintegration 174
Vakuum 174
Wärme 174
Entgasung von Lösungsmitteln
Hinweise 174
Methoden 173
Theorie 171
Entlüftung der Nadelspülpumpe 42
Ereignisausgangssignal

Anschluss 21
Klemmenleiste 16
Programmierung 78, 99
Event Time (Ereigniszeit) 100
ExpertEase Anschluss 19, 22

F

Fehlermeldungen
Heizung/Kühlung 141
Injektor 141
Kalibration 138
Karussell 139
Löschung 137
Spritze 143
Typen 136
zur Information 137
Filter
Austausch 132
Lösungsmittel 174
Filterung von Proben 61
Flussdiagramm
717plus Anzeigen 36
automatische Nulleinstellung 39
automatische Probennahme 58
Einstellung der Proben-Ansauggeschwindigkeit 112
Entfrostung 118
Entlüftung der Nadelspülpumpe 43
Kalibration 42
Konfiguration 45
Probenvorbereitung 60
Programmierung eines automatischen Probelaufs 74
Funktionstasten 35, 36

G

Gepufferte mobile Phase
Auswahl des Nadelspüllösungsmittels für 63
Empfehlungen bei Verwendung 113
Entfernung vor dem Abschalten 55

H

Halt Bad Comp Check (Anhalten bei fehlgeschlagener Kompressionsüberprüfung) 46
Hardwareänderungen 52
Hauptmenü
Beschreibung 34
Funktionstasten 36
Heizung/Kühlung
Entfrostung 117
Hinweise zu Probennahmen 106
Installation 27
Probenraumtemperatur 5
Systemausgleichszeit 108
Temperaturregelungsparameter 47
Helium 173
Herkömmliche Phiolen, Auto Addition 86
Hinweise zu Probennahmen
Ansauggeschwindigkeit 111
Microbore-Injektionen 108
semi-präperative Injektionen 109
Temperaturregelung 106
viskose Proben 111
Hold Contact Sense (Kontaktausrichtung beibehalten) 50

I

IEEE-488
Adressbereich 50
Anschluss 21
Anzeige der aktuellen Adresse 47
Einstellung von Adressen 23

Standardadresse 50
Impuls für Injektionsende
Beschreibung 3
Inject Start (Injektionsbeginn)
Anschluss 16
Beschreibung 3
Einstellung der Impulsdauer 50
Inject Start Pulse (Impuls für Injektionsbeginn) 46
Inject Stop Pulse (Impuls für Injektionsende)
Einstellung der Impulsdauer 50
Injektionsvolumen
Theorie 170
weniger als 1 µL 18
Injektor, Entfernung 127

K

Karussell, Ladung 65
Klappensensor 65
Klemme PROG EVENT 16
Klemmenleiste
Aktivierung in Software 49
Anschlüsse 15–21
Diagramm 17
Injektionsimpulsdauer 50
Signale 16
Kompressionsgrenze, Einstellung 71
Kompressionsüberprüfung
Anhalten nach Fehlschlag 113
Ausführungszeitpunkt 67
Durchführung 70–72
erforderliche Probenschleife- und Spritzengröße 70
Komprimierbarkeit 170
Konfiguration des 717plus 44–53
Einstellung von Parametern 47
Parameterbeschreibungen 46
Spritze 124
Übersicht 44
Kontrast, Anpassung 34

L

LAC/E Anschluss 19
Lagerung 54, 55
Leistungsanforderungen 162
Logik 49
Loop Volume (Schleifenvolumen) 47
Lösungsmittel
Auswahl 60
Komprimierbarkeit 170
Nadelspülung 62
Puffersalze 55, 113

M

Maxima Anschluss 19, 22
Menüs, Übersicht 36
Microbore-Injektionen
Durchführung von Injektionen 108
Hardware 52
mit System-Controller 18
Spritze und Phiolen 5
Millennium Anschluss 19, 22
Mobile Phase
aufgelöstes Gas 170
Auswahl des Nadelspüllösungsmittels für 63
Empfehlungen bei Verwendung von Puffern 113
hydraulische Eigenschaften 169
intrinsische Komprimierbarkeit 170
Komprimierbarkeit 170
Puffersalz 55
und Kompressionsgrenze 71
Monitorkontrast, Anpassung 34

N

Nadel
  Austausch 126
  Test auf undichte Stellen 154
Nadelposition (Nadeltiefe)
  für Auto Transfer (automatische Übergabe) 93
  für Schrittfunktionen 78, 80
Nadelspülung
  Anschluss 11
  Entlüftung 42
  Lösungsmittel 62
  Standort des Lösungsmittels 63
Netzschalter 33

O

Optionen 78, 80

P

Parameter
  Beschreibungen 46
  Eingabe 37
  Einstellung 47
Phiolen
  herkömmlich 86
  Standard 81
Phiolen, Probe
  Auswahl und Zusammenbau 61, 177
  Teilenummern 167
PowerLine 22
Pressure Decay Time (Druckabfallzeit) 70
Probenphiolen
  Auswahl und Zusammenbau 61, 177
  Teilenummern 167
Probenschleife
  Änderung des Volumens 52
  Berechnung der Reinigungszeit für 69
  empfohlene Größe für Kompressionsüberprüfung 70
  Installation 30–32
  Reinigungszeit 68
  Test 53
  Volumen der 53, 171
Probenvorbereitung 59
Programmierbares Ereignisausgangssignal
  Anschluss 21
  Klemmenleiste 16
  Programmierung 78, 99
Programmierung der Schritte
  Aktivierung der Reinigung 112
  Anzahl der Schritte 75
  Auto Transfer, siehe Auto Transfer
  Eingabe der Schrittparameter 77
  Navigation durch die Tabelle 75
Pumpe 173
Pumpenanschluss 21
Purge and Compressibility Page (Seite für Reinigung und Komprimierbarkeit) 68
Purge In Idle (Im Leerlauf reinigen) 46
Purge Page (Seite für Reinigung) 36

R

Reinigung
  bei der Verwendung von gepufferten mobilen Phasen 114
  im Leerlauf 114
  nach bedienerunabhängigen Probeläufen 114
  nach Schritt 78, 80
  Probenschleife 69
  Reinigungszeit 68
  während eines automatischen Probelaufs 112
  wenn Probelauf gestoppt wird 101

Reinigung und Kompressionsüberprüfung
Durchführung 67–71
Durchführungszeitpunkt 67
Reklamation, Mitteilung 10, 136
Report Delay (Berichtsverzögerung)
Beschreibung 4, 46
Einstellung 48
Reproduzierbarkeit
aufgelöster Sauerstoff 173
Entgasung 172
Faktoren 169
Gewährleistung 66–72
Teildruck 172
Temperatur 172
Übersicht 67
RS-232-Anschluss 23
Rückseite 15

S

SAT/IN Anschluss 19
Sauerstoff, aufgelöst 173
Schleife, siehe Probenschleife
Schrittprogrammierung
Auto Addition, siehe Auto Addition
Auto Standards, siehe Auto Standards
Programmierung der Schrittfunktionen 78
Seal Pak
Austausch 126
Seite Auto Run Status 102
Seite Auto Transfer (automatische Übergabe) 93
Semi-präperative Chromatographie
Durchführung von Injektionen 109
Hardware 52
Probenschleife und Spritze 5
Septumverschlüsse, in Probenphiolen 62
Sicherheit und Bedienung des Instruments 135
Signal Hold (Anhalten)
Aktivierung 49
Anschluss 16
Zweck 3, 46
SIM Anschluss 19
Spritze
Austausch 119
Geschwindigkeit 111
Installation 122
Konfiguration 124
manuelle Reinigung 152
Reinigung 125
Sicherheitsstandards 119
Verschiebung 170
Spritzenvolumen
Änderung 52
empfohlen für Kompressionsüberprüfung 70
Spülung 173
Standards Page (Standards-Seite) 82
Standards, siehe Auto Standards (automatische Standards)
Standortanforderungen 7
Start eines Probelaufs
Routine 101
statisch 105
Stat Page (Seite für statischen Probelauf) 36
Statischer Probelauf
Programmierung 104
Start 103, 105
Stopp 106
Überwachung 105
Status
des automatischen Probelaufs 102
des statischen Probelaufs 105
Stopp eines Probelaufs
Routine 101
statisch 106
Störungssuche und -beseitigung

Fehlschlag der automatischen Nulleinstellung 157
Fehlschlag des Kompressionstests 154
Tabellen 143
Stromversorgungsanschluss 10
Syringe Volume (Spritzenvolumen)
Beschreibung 47
Systemkonfiguration, Einstellung 47
Systemüberprüfung 53

T

Tabellen
Einfügen und Löschen von Zeilen 76
Navigation durch 75
Tastatur 35
Taste Clear (Löschen) 38
Technische Daten
Kommunikation 163
Leistung 161
Leistungsanforderungen 162
mechanisch 162
Umgebungsfaktoren 162
Teildruck 172
Temp Control (Temperaturregelung) 47
Temp Setpoint (Solltemperatur) 47
Temperaturbereich für Betrieb 106
Tischabmessungen 7
Transducer, manuelle Einstellung 157

U

Überprüfung 10
Ultraschalldesintegration 174

V

Vakuumentgasung 174
Ventile, Test auf undichte Stellen 154
Versandkartoninhalt 10
Vials Between Purges (Phiolen zwischen Reinigungen) 46
Viskose Proben, Injektion 111
Viskosität 170
Viskosität, Spritzengeschwindigkeit 5
Volumen
des Autosamplers 69
komprimierbar 71
Probenschleife 47, 52, 53, 171
Spritze 47, 52
Vorbereitung der Proben 59
Vorderseite 35

W

Wärme 172
Wartung 117–134
Waters 717plus
Beschreibung 1
Funktionen 2
Waters 746 Anschluss 23
Waters Untersysteme 5

Z

Zusätzliche Schleife, siehe Probenschleife